

**PEMBUATAN *BEADS* SELULOSA XANTAT SEBAGAI MATERIAL  
PENDUKUNG  $\text{TiO}_2$  MENGGUNAKAN *CROSSLINK*  $\text{CaCl}_2$**

**SKRIPSI**

Oleh :  
**LAILI MUYASSAROH**  
**NIM. 16630107**



**PROGRAM STUDI KIMIA  
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI  
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM  
MALANG  
2021**

**PEMBUATAN *BEADS* SELULOSA XANTAT SEBAGAI MATERIAL  
PENDUKUNG  $\text{TiO}_2$  MENGGUNAKAN *CROSSLINK*  $\text{CaCl}_2$**

**SKRIPSI**

**Oleh:  
LAILI MUYASSAROH  
NIM. 16630107**

**Diajukan Kepada:  
Fakultas Sains dan Teknologi  
Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang  
Untuk Memenuhi Salah Satu Persyaratan Dalam  
Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)**

**PROGRAM STUDI KIMIA  
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI  
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM  
MALANG  
2021**

**PEMBUATAN *BEADS* SELULOSA XANTAT SEBAGAI MATERIAL  
PENDUKUNG  $\text{TiO}_2$  MENGGUNAKAN *CROSSLINK*  $\text{CaCl}_2$**

**SKRIPSI**

Oleh:  
**LAILI MUYASSAROH**  
NIM. 16630107

**Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji**  
**Tanggal: 26 April 2021**

**Pembimbing I**



**Eny Yulianti, M.Si**  
NIP. 19760611 200501 2 006

**Pembimbing II**



**Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc**  
NIDT. 19900906 20180201 2 239

**Mengesahkan,**  
**Ketua Program Studi**



**Elok Kamillah Hayati, M.Si**  
NIP. 19790620 200604 2 002

**PEMBUATAN *BEADS* SELULOSA XANTAT SEBAGAI MATERIAL  
PENDUKUNG  $\text{TiO}_2$  MENGGUNAKAN *CROSSLINK*  $\text{CaCl}_2$**

**SKRIPSI**

Oleh:  
**LAILI MUYASSAROH**  
NIM. 16630107

**Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi  
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan  
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)  
Tanggal: 26 April 2021**

<b>Penguji Utama</b>	<b>: Dr. Akyunul Jannah, S.Si, M.P</b> NIP. 19750410 200501 2 009	 (.....)
<b>Ketua Penguji</b>	<b>: Febi Yusniyanti, S.Si., M.Sc</b> L.B 68004	 (.....)
<b>Sekretaris Penguji</b>	<b>: Eny Yulianti, M.Si</b> NIP. 19760611 200501 2 006	 (.....)
<b>Anggota Penguji</b>	<b>: Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc</b> NIDT. 19900906 20180201 2 239	 (.....)

**Mengesahkan,  
Ketua Program Studi**

  
**Elok Kamilah Hayati, M.Si**  
NIP. 19790620 200604 2 002

## PERNYATAAN ORISINALITAS TULISAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Laili Muyassaroh  
NIM : 16630107  
Program Studi : Kimia  
Fakultas : Sains dan Teknologi  
Judul Penelitian : "Pembuatan *Beads* Selulosa Xantat Sebagai Material Pendukung  $\text{TiO}_2$  Menggunakan *Crosslink*  $\text{CaCl}_2$ "

Menyatakan dengan sebenarnya bahwa skripsi yang saya tulis ini merupakan hasil karya sendiri, bukan merupakan pengambilan data, tulisan atau pemikiran orang lain yang saya akui sebagai hasil tulisan atau pikiran saya sendiri, kecuali dengan mencantumkan sumber cuplikan pada daftar pustaka. Apabila dikemudian hari terbukti atau dapat dibuktikan skripsi ini hasil jiplakan, maka saya bersedia menerima sanksi atas perbuatan tersebut.

Malang, 26 April 2021  
Yang membuat pernyataan



Laili Muyassaroh  
NIM. 16630107

## MOTTO

إِنَّمَا الْأَعْمَالُ بِالنِّيَّاتِ

*“Sesungguhnya amal perbuatan itu bergantung pada niatnya”*

So, niatlah dengan baik insyaallah hasilnya juga akan baik

## **HALAMAN PERSEMBAHAN**

Alhamdulillahirabbil'alamin, terima kasih ya Allah atas rahmat dan nikmat-Mu sehingga penulisan skripsi ini telah selesai. Skripsi ini saya persembahkan untuk:

1. Diri ini Laili Muyassaroh yang telah berjuang sekuat mungkin.
2. Ayah Syamsul Huda dan Ibuk Anik S yang selalu mendoakan, memberi dukungan, berjuang, dan menerima segala keluh kesahku.
3. Kakak-kakakku Oktavianti Lestari SA, Moh. Zanuarsah, Wiwin Eko Saputro, dan Siska Oktavia, serta keponakanku Khoridah Nayla Izzah dan Fathinah Tsabita Ufairah yang selalu mendukung dan mendoakan.
4. Pengasuh PP. Al-Azkiya' Ust. Dr. KH. A. Khudori Sholeh, M.Ag dan Ibu Hj. Erik Sabti Rahmawati, MA yang turut mendoakan.
5. Ibu Eny Yulianti, M.Si selaku pembimbing yang sudah sabar dan selalu memberikan ilmu yang luar biasa.
6. Oktet C 2016 yang telah menemani perkuliahan dengan indah selama empat tahun ini.

## KATA PENGANTAR

*Assalamu'alaikum Wr. Wb.*

Puji syukur penulis haturkan atas rahmat Allah Swt. yang telah memberikan anugerah berupa akal dan pikiran serta penalaran, sehingga penulis dapat melaksanakan dan menyusun skripsi ini. Adapun penulisan skripsi dengan judul **“Pembuatan *Beads* Selulosa Xantat Sebagai Material Pendukung  $\text{TiO}_2$  Menggunakan *Crosslink*  $\text{CaCl}_2$ ”** diselesaikan karena adanya dukungan baik moral maupun spiritual dari berbagai pihak. Oleh karena itu penulis menyampaikan terimakasih kepada:

1. Ayah, ibu, dan keluarga yang senantiasa memberikan do'a dan restunya kepada penulis dalam menuntut ilmu.
2. Ibu Eny Yulianti, M.Si. dan ibu Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc selaku dosen pembimbing I dan II yang banyak memberikan bimbingan dan pengarahan dalam penulisan skripsi ini.
3. Ibu Dr. Akyunul Jannah, S.Si, M.P dan Ibu Febi Yusniyanti, S.Si., M.Sc selaku dosen penguji I dan II yang banyak memberikan arahan dalam penulisan skripsi ini.
4. Seluruh dosen dan laboran prodi kimia fakultas sains dan teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah memberikan ilmu selama belajar di bangku perkuliahan.
5. Teman-teman prodi kimia angkatan 2016 khususnya kimia C atas segala dukungan, bantuan, canda tawa, dan perjuangan selama ini.
6. Semua pihak yang telah membantu dalam menyelesaikan penulisan skripsi ini



Penulis menyadari bahwa penulisan skripsi ini masih terdapat kekurangan dan berharap semoga dapat memberikan manfaat kepada para pembaca, khususnya bagi penulis. *Amin Ya Rabbal Alamin.*

*Wassalamu'alaikum Wr. Wb.*

Malang, 26 April 2021

Penulis

## DAFTAR ISI

<b>HALAMAN JUDUL .....</b>	<b>i</b>
<b>HALAMAN PERSETUJUAN .....</b>	<b>ii</b>
<b>LEMBAR PENGESAHAN .....</b>	<b>iii</b>
<b>PERNYATAAN ORISINALITAS PENELITIAN.....</b>	<b>iv</b>
<b>MOTTO .....</b>	<b>v</b>
<b>HALAMAN PERSEMBAHAN .....</b>	<b>vi</b>
<b>KATA PENGANTAR.....</b>	<b>vii</b>
<b>DAFTAR ISI.....</b>	<b>ix</b>
<b>DAFTAR GAMBAR.....</b>	<b>xi</b>
<b>DAFTAR TABEL .....</b>	<b>xiii</b>
<b>DAFTAR LAMPIRAN .....</b>	<b>xiv</b>
<b>ABSTRAK .....</b>	<b>xv</b>
<b>ABSTRACT .....</b>	<b>xvi</b>
<b>المخلص .....</b>	<b>xvii</b>
 <b>BAB I PENDAHULUAN.....</b>	 <b>1</b>
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Rumusan Masalah .....	6
1.3 Tujuan.....	6
1.4 Batasan Masalah.....	7
1.5 Manfaat.....	7
 <b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....</b>	 <b>8</b>
2.1 Limbah Batang Jagung .....	8
2.2 Ekstraksi dan Hidrolisis Selulosa Batang Jagung .....	9
2.2.1 Proses Delignifikasi .....	9
2.2.2 Proses <i>Bleaching</i> .....	10
2.2.3 Proses Hidrolisis .....	11
2.3 Pembuatan Selulosa Xantat .....	12
2.4 Sodium Alginat .....	14
2.5 Porogen CaCO <sub>3</sub> .....	15
2.6 Pembuatan <i>Beads</i> TiO <sub>2</sub> /Alginat Selulosa Xantat .....	16
2.7 Potensi Titanium Dioksida (TiO <sub>2</sub> ) sebagai Material Fotokatalis .....	22
2.8 Uji Fotodegradasi .....	24
2.9 Perspektif Islam dalam Pemanfaat Batang Jagung .....	25
 <b>BAB III METODE PENELITIAN .....</b>	 <b>28</b>
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian .....	28
3.2 Alat dan Bahan .....	28
3.2.1 Alat .....	28
3.2.2 Bahan.....	28
3.3 Rancangan Penelitian .....	29
3.4 Tahapan Penelitian .....	30
3.5 Pelaksanaan Penelitian .....	31

3.5.1 Preparasi Sampel.....	31
3.5.2 Ekstraksi Selulosa dari Batang Jagung .....	31
3.5.3 Pembuatan Selulosa Xantat .....	31
3.5.4 Pembuatan <i>Beads</i> .....	32
3.5.5 Karakterisasi .....	33
3.5.5.1 Karakterisasi Gugus Fungsi Selulosa dan Selulosa Xantat...33	
3.5.5.2 Karakterisasi dengan Difraksi Sinar-X (XRD) .....	33
3.5.5.3 Karakterisasi Daerah Serapan Sinar dan Energi Celah Pita...33	
3.5.5.4 Karakterisasi Permukaan.....	33
3.5.5.5 Uji Aktivitas Fotodegradasi <i>Beads</i> dengan Menggunakan Metilen Biru .....	34
3.5.5.5.1 Penentuan Panjang Gelombang Optimum Metilen Biru.....	34
3.5.5.5.2 Pembuatan Kurva Standar .....	34
3.5.5.5.3 Uji Aktivitas Fotodegradasi.....	34
3.5.6 Analisis Data.....	34
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN .....</b>	<b>36</b>
4.1 Ekstraksi Selulosa .....	36
4.2 Pembuatan Selulosa Xantat.....	38
4.3 Analisis Gugus Fungsi Selulosa dan Selulosa Xantat .....	40
4.4 Pembuatan <i>Beads</i> .....	42
4.5 Karakterisasi <i>Beads</i> dengan <i>Diffuse Reflectance Spectroscopy</i> (DRS).....	44
4.6 Karakterisasi <i>Beads</i> dengan XRD .....	48
4.7 Uji Aktivitas Fotodegradasi <i>Beads</i> Menggunakan Metilen Biru .....	52
4.8 Karakterisasi <i>Beads</i> dengan Mikroskop Optik.....	54
4.9 Karakterisasi <i>Beads</i> dengan SEM – EDX .....	56
4.10 Hasil Penelitian dalam Perspektif Islam.....	58
<b>BAB V PENUTUP .....</b>	<b>60</b>
5.1 Kesimpulan.....	60
5.2 Saran.....	61
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>	<b>62</b>
<b>LAMPIRAN.....</b>	<b>68</b>

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Limbah batang jagung .....	8
Gambar 2.2	Struktur selulosa .....	9
Gambar 2.3	Reaksi pemutusan lignin dan selulosa oleh NaOH .....	10
Gambar 2.4	Struktur selulosa xantat .....	12
Gambar 2.5	Reaksi pembentukan selulosa xantat .....	13
Gambar 2.6	Spektra FTIR dari RCS dan XMCS .....	13
Gambar 2.7	Struktur kimia alginat .....	15
Gambar 2.8	Interaksi ionik antara ion $\text{Ca}^{2+}$ dan gugus karboksil dalam blok polymannuronate, (b) Gabungan model “egg-box” ion $\text{Ca}^{2+}$ dalam blok poliguluronat .....	18
Gambar 2.9	Spektra FTIR dari (a) Sodium alginat dan (b) <i>Beads</i> alginat dengan crosslink $\text{Ca}^{2+}$ .....	19
Gambar 2.10	Spektra FTIR dari (a) Nanopartikel $\text{TiO}_2$ , (b) <i>Floating</i> kalsium alginat, dan (c) <i>Floating</i> $\text{TiO}_2$ /kalsium alginat.....	19
Gambar 2.11	Pola Difraksi dari (a) Nanopartikel $\text{TiO}_2$ , (b) Kalsium alginat, dan (c) $\text{TiO}_2$ /kalsium alginat .....	20
Gambar 2.12	Hasil karakterisasi SEM (a) <i>Beads</i> alginat/ $\text{TiO}_2$ dan (b) <i>Cross-section beads</i> alginat/ $\text{TiO}_2$ .....	21
Gambar 2.13	Spektra permukaan EDX dari <i>beads</i> alginat/ $\text{TiO}_2$ .....	22
Gambar 2.14	Struktur kristal $\text{TiO}_2$ fasa (a) <i>Anatase</i> , (b) <i>Rutile</i> , dan (c) <i>Brookite</i> .....	24
Gambar 4.1	(a) Serbuk batang jagung dan (b) Lindi hitam.....	36
Gambar 4.2	Mekanisme reaksi pemutusan ikatan lignin dengan selulosa.....	37
Gambar 4.3	(a) <i>Pulp</i> asil delignifikasi, (b) <i>Pulp</i> hasil <i>bleaching</i> , dan (c) Selulosa hasil ekstraksi .....	38
Gambar 4.4	(a) Alkali selulosa, (b) Selulosa setelah proses <i>aging</i> , dan (c) Selulosa xantat .....	39
Gambar 4.5	Mekanisme reaksi pembuatan selulosa xantat.....	39
Gambar 4.6	Spektra IR (a) Batang jagung (b) Selulosa hasil ekstraksi, dan (c) Selulosa xantat .....	40
Gambar 4.7	(a) Pembuatan <i>beads</i> Teknik <i>Dropping</i> , (b) <i>Beads</i> basah, (c) <i>Beads</i> kering, (d) Diameter <i>beads</i> basah, dan (e) Diameter <i>beads</i> kering.....	43
Gambar 4.8	Hasil UV – Vis <i>Diffuse Reflectance Spectroscopy</i> (DRS) <i>beads</i> antara % reflektansi dengan panjang gelombang .....	44
Gambar 4.9	Hasil UV – Vis <i>Diffuse Reflectance Spectroscopy</i> (DRS) <i>beads</i> antara faktor Kubelka - Munk dengan panjang gelombang .....	45
Gambar 4.10	Energi celah pita (a) $\text{TiO}_2$ anatas, (b) <i>Beads</i> 0, (c) <i>Beads</i> 1 (d) <i>Beads</i> 2, dan (e) <i>Beads</i> 3.....	47
Gambar 4.11	(a) Pola difraksi <i>beads</i> dan (b) Hasil perbesaran pola difraksi <i>beads</i> .....	49

Gambar 4.12	Hasil karakterisasi mikroskop optik perbesaran 1x10 kali pada (a) <i>beads</i> 0, (b) <i>beads</i> 1, (c) <i>beads</i> 2 dan (d) <i>beads</i> 3 sebelum proses fotodegradasi, (e) <i>beads</i> 0, (f) <i>beads</i> 1, (g) <i>beads</i> 2 dan (h) <i>beads</i> 3 pada proses fotodegradasi kondisi gelap, (i) <i>beads</i> 0, (j) <i>beads</i> 1, (k) <i>beads</i> 2 dan (l) <i>beads</i> 3 pada proses fotodegradasi kondisi terang.....	55
Gambar 4.13	Analisis gambar menggunakan Image-J pada (a) <i>beads</i> 0, (b) <i>beads</i> 1, (c) <i>beads</i> 2 dan (d) <i>beads</i> 3 sebelum proses fotodegradasi, (e) <i>beads</i> 0, (f) <i>beads</i> 1, (g) <i>beads</i> 2 dan (h) <i>beads</i> 3 pada proses fotodegradasi kondisi gelap, (i) <i>beads</i> 0, (j) <i>beads</i> 1, (k) <i>beads</i> 2 dan (l) <i>beads</i> 3 pada proses fotodegradasi kondisi terang .....	56
Gambar 4.14	Hasil karakterisasi SEM <i>beads</i> 3 (a) Perbesaran 150x, (b) Perbesaran 1000x.....	57

## DAFTAR TABEL

Tabel 3.1 Penamaan sampel .....	29
Tabel 3.2 Data karakterisasi FTIR .....	29
Tabel 3.3 Data karakterisasi UV-Vis DRS .....	30
Tabel 3.4 Data karakterisasi XRD .....	30
Tabel 3.5 Data uji fotodegradasi .....	30
Tabel 4.1 Data bilangan gelombang ( $\text{cm}^{-1}$ ) spektrum FTIR serbuk batang jagung, selulosa hasil ekstraksi, dan selulosa xantat .....	41
Tabel 4.2 Nilai energi celah pita dan serapan sinar panjang gelombang <i>beads</i> .....	46
Tabel 4.3 Ukuran kristal sampel .....	50
Tabel 4.4 Hasil uji fotodegradasi <i>beads</i> terhadap metilen biru.....	52
Tabel 4.5 Data diameter <i>beads</i> .....	55
Tabel 4.6 Persen berat masing – masing unsur dari <i>beads</i> 3 .....	57

## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Rancangan Penelitian .....	68
Lampiran 2. Skema Kerja .....	69
Lampiran 3. Preparasi Larutan dan Perhitungan.....	75
Lampiran 4. Perhitungan .....	84
Lampiran 5. Hasil Analisa FTIR .....	91
Lampiran 6. Hasil Analisa XRD .....	93
Lampiran 7. Hasil Analisa DRS .....	99
Lampiran 8. Hasil Analisa UV-Vis .....	103
Lampiran 9. Hasil Analisa Mikroskop Optik .....	108
Lampiran 10. Hasil Analisa SEM – EDX .....	113

## ABSTRAK

Muyassaroh, L. 2021. **Pembuatan *Beads* Selulosa Xantat Sebagai Material Pendukung TiO<sub>2</sub> Menggunakan *Crosslink* CaCl<sub>2</sub>**. Program Studi Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Eny Yulianti, M.Si. Pembimbing II: Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc.

---

**Kata Kunci:** *beads*, alginat, selulosa xantat, TiO<sub>2</sub>, *crosslink* CaCl<sub>2</sub>

*Beads* merupakan sebuah partikel berbentuk bola yang memiliki diameter dengan skala antara mikro hingga milimeter. *Beads* dapat dibuat dengan mencampurkan alginat, selulosa xantat, CaCO<sub>3</sub>, dan TiO<sub>2</sub>. Penambahan TiO<sub>2</sub> dapat menjadikan *beads* memiliki fungsi sebagai fotodegradator dan adsorben, serta porogen CaCO<sub>3</sub> akan menghasilkan pori *beads* yang lebih baik sehingga dapat meningkatkan daya serap *beads*. Kekuatan mekanis *beads* dapat ditingkatkan dengan merendamnya di dalam agen *crosslink* CaCl<sub>2</sub>. Tujuan penelitian ini adalah untuk mengetahui pengaruh penambahan *beads* selulosa xantat terhadap TiO<sub>2</sub> berdasarkan serapan sinar, energi celah pita, karakter kristal, fotodegradasi metilen biru, serta karakter permukaan *beads* selulosa xantat.

Pencetakan *beads* dilakukan dengan metode gelasi ionik dengan agen *crosslink* CaCl<sub>2</sub> 3% karena metode ini dapat meningkatkan kekuatan mekanis dari *beads* melalui proses ikatan silang alginat dengan CaCl<sub>2</sub> dan dilakukan variasi TiO<sub>2</sub> 0 (tanpa TiO<sub>2</sub>), 1, 2, dan 3 gram. *Beads* yang dihasilkan dikarakterisasi menggunakan UV-Vis DRS untuk mengetahui energi celah pita, XRD untuk mengetahui karakter kristal, dan SEM-EDX untuk mengetahui karakteristik permukaan *beads*.

Hasil karakterisasi UV-Vis DRS, *beads* 0, 1, 2, dan 3 memiliki panjang gelombang berturut-turut 395; 405; 402; 412 nm dan energi celah pita 3,14; 3,06; 3,08; 3,01 eV. Hal ini mengindikasikan bahwa penambahan TiO<sub>2</sub> pada *beads* mampu menggeser panjang gelombang ke arah yang lebih besar dan mampu menurunkan energi celah pita. Hasil difraktogram pada *beads* 1, 2 dan 3 (setelah penambahan TiO<sub>2</sub>) muncul puncak baru yang sesuai dengan standar TiO<sub>2</sub> anatas (JCPDS no. 71-1166) dan memiliki ukuran kristal TiO<sub>2</sub> 48,83; 51,68; dan 42,94 nm untuk *beads* 1, 2, dan 3 dari hasil karakterisasi menggunakan XRD. Hasil uji fotodegradasi dengan bantuan sinar UV menunjukkan bahwa *beads* 3 memiliki aktivitas terbaik dibanding *beads* 0, 1 dan 2 karena mampu mendegradasi zat warna metilen biru sebesar 78,97% selama 240 menit. Adapun karakteristik permukaan pada *beads* 3 yaitu memiliki bentuk permukaan yang kasar.



## ABSTRACT

Muyassaroh, L. 2021. **Making Cellulose Xanthate As Support TiO<sub>2</sub> Using Crosslink CaCl<sub>2</sub>**. Chemistry Department, Science and Technology Faculty, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Supervisor I: Eny Yulianti, M.Si., Supervisor II: Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc.

---

**Keywords:** beads. alginate. cellulose xanthate. TiO<sub>2</sub>. crosslink CaCl<sub>2</sub>

Beads are ball-shaped particles that have diameters ranging from micro to millimeter. Beads can be made by mixing alginate; cellulose xanthate; CaCO<sub>3</sub> and TiO<sub>2</sub>. The addition of TiO<sub>2</sub> cause the beads to have a function as photodegradator and adsorbent. Porogen CaCO<sub>3</sub> will produce better beads pores so it can increase the adsorption of beads. The mechanical strength of beads can be increased by immersing it in the CaCl<sub>2</sub> crosslink agent. The aims of this research are to determine the effect of the addition cellulose xantate beads to TiO<sub>2</sub> based on the wavelength; band gap energy; crystal characters; photodegradation metylene blue and surface characters.

Beads was made by ionic gelation method with crosslink agent CaCl<sub>2</sub> 3% because this method can increase the mechanical strength of beads through the process of cross-linking alginate and CaCl<sub>2</sub> with the variations of TiO<sub>2</sub> was 0; 1; 2 and 3 grams. The beads was characterized using UV-Vis DRS to measure the band gap energy. XRD to analyze crystal characters and SEM-EDX to know surface characters of beads.

The bandgap energy and wavelength calculated from DRS UV-Vis of beads were 3.14; 3.06; 3.08; 3.01 eV and 395; 405; 402; 412 nm for beads 1, beads 2 and beads 3 respectively. The addition of TiO<sub>2</sub> is able to shift the wavelength to a larger direction and it can reduce the band gap energy of beads. The XRD diffractogram of beads 1; 2 and 3 appear new peak are assigned to the TiO<sub>2</sub> anatase (JCPDS no. 71-1166) and the crystallite size of TiO<sub>2</sub> was 48.83; 51.68; and 42.94 nm for beads 1; beads 2 and beads 3 respectively. Beads 3 showed the best photodegradation activity using UV rays compared to beads 1 and beads 2 due to it can degrade 78.9% of methylene blue for 240 minutes. Moreover beads 3 had a rough surface.

## الملخص

ميسرة, ل. ٢٠٢١. صناعة خرز سليولوز زانثات كدعم  $TiO_2$  استعمال تشابك  $CaCl_2$ . في قسم الكيمياء, كلية العلوم والتكنولوجيا, جامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية في مالانج. المشرفة الأولى: إيني يولياني الماجستير المشرفة الثانية : لؤلؤة الحميدة العليا الماجستير.

---

**الكلمات الرئيسية :** الخزرات, سليولوز زانثات ,  $TiO_2$  , تشابك  $CaCl_2$

الخزرات عبارة عن جزيئات كروية يبلغ قطرها ما بين ميكرو ومليمترات. يمكن صنع الخزرات إضافة عن طريق خلط الجينات مع زانثات السليولوز. يمكن أن تجعل  $TiO_2$  الحبيبات تعمل كمحلل ضوئي ممتاز.  $TiO_2$  يستخدم كمحفز ضوئي لأنه يحتوي على خصائص عالية النشاط والاستقرار. إضافة البوروجين  $CaCO_3$  في صنع الخزز، ستنتج مسام خرز أفضل بحيث يمكنها زيادة امتصاص الخزز.

يمكن زيادة القوة الميكانيكية للخرز بغمرها في عامل الارتباط المتشابك  $CaCl_2$ . تم تنفيذ صب الخرزة باستخدام طريقة التكوّن الأيوني لأن هذه الطريقة يمكن أن تزيد من القوة الميكانيكية للخرز من خلال عملية ربط الجينات مع  $CaCl_2$ . تهدف هذه الدراسة إلى تحديد تأثير إضافة المتغيرات  $TiO_2$  1, 2, 3. غرام ضد التحلل الضوئي لأزرق الميثيلين، و طاقة فجوة الحزمة ، والطابع البنيوي، والشخصيات المورفولوجية لخرز زانثات السليولوز باستخدام SEM, XRD, UV-Vis DRS كانت أظهرت النتائج أن حبات الانعراج متوافقة مع المعايير JCPDS no. 71 - 1166 بناء على توصيف XRD ولديه طاقة فجوة نطاق متسلسلة وطول موجة 3,06; 3,08; 3,01 eV و 405; 402; 412 nm بناء على توصيف UV-Vis DRS. من اختبار التحفيز الضوئي مع التهوية UV تظهر أن الخزز 3 لديه أفضل نشاط مقارنة بالخرز 1 و 2 لأنه يمكن أن يتحلل من الميثيلين الأزرق يساوي 78,97% لمدة 240 دقيقة أظهر شكل الخزز 3 شكل سطح أملس .

# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Jagung memiliki nama ilmiah *Zea mays L.* merupakan tanaman biji-bijian dari keluarga rerumputan (*Graminaceae*). Bagian dari jagung meliputi akar, daun, batang, kulit, bongkol, dan bunga. Pada saat proses pemanenan jagung, terdapat sekitar 20-30% dari setiap 100 ton yang dihasilkan adalah limbah, salah satunya yaitu batang jagung. Menurut Yulianti *et al.* (2016) saat ini batang jagung hanya dimanfaatkan sebagai kompos, makanan ternak (sapi, kerbau, dan kambing), bahkan sering kali batang jagung dibakar pada suatu tempat dan dibuang begitu saja. Ana (2016) menyebutkan komposisi kimia dalam batang jagung meliputi 30-50% selulosa, 15-35% hemiselulosa, 13-30% lignin, 9-11% air, dan 6% abu. Berdasarkan kandungan tersebut maka batang jagung berpotensi besar sebagai sumber selulosa yang tinggi dan dapat dijadikan sebagai bahan pembuatan *beads*.

Allah Swt. berfirman bahwa dalam penciptaan langit dan bumi, bahkan yang ada di antaranya (makhluk) tidak ada yang sia-sia. Telah disebutkan dalam Al-Qur'an pada QS. Shad (37) ayat 27.

وَمَا خَلَقْنَا السَّمَاءَ وَالْأَرْضَ وَمَا بَيْنَهُمَا بَاطِلًا

Artinya: “Dan Kami tidak menciptakan langit dan bumi serta apa yang ada antara keduanya tanpa hikmah.”

Menurut Quthb (2004) bahwa dalam penciptaan langit dan bumi serta yang ada antara keduanya bukan tanpa hikmah dan juga tidak terjadi dalam kebatilan

(sia-sia), sedangkan menurut Shihab (2000), lafaz *baathilaan* menunjukkan bahwa di dalam penciptaan bumi tidak ada yang sia-sia dan ada manfaatnya dengan tujuan supaya manusia diberi balasan sesuai dengan amal perbuatannya. Berdasarkan ayat tersebut mengidentifikasikan bahwa di bumi ini tidak ada yang batil atau sia-sia melainkan semuanya ada manfaat, maksud serta kegunaan yang benar. Seperti halnya memanfaatkan limbah batang jagung yang diekstraksi untuk diambil selulosanya dan digunakan sebagai bahan pembuatan *beads*.

Menurut Klemm *et al.* (1998) selulosa memiliki karakteristik seperti hidrofilisitas, berpotensi sebagai adsorben, tidak beracun, sifat mekanik yang baik, dan *disposability* yang aman setelah digunakan. Swatloski *et al.* (2002) menyebutkan bahwa selulosa memiliki turunan eter dan ester, diantaranya selulosa xantat, selulosa asetat, CMC (*carboxymethyl cellulose*), etil selulosa, selulosa nitrat dan metil selulosa. Turunan selulosa memiliki banyak kegunaan yang penting diantaranya aplikasi komersial dalam serat, kertas, membran, industri polimer dan cat. Secara umum selulosa memiliki kapasitas adsorpsi yang lemah, sebagaimana berdasarkan penelitian Yulianti *et al.* (2019) yang menyebutkan bahwa kapasitas adsorpsi dari batang jagung meningkat setelah dilakukan modifikasi. Oleh karena itu, perlu dilakukan modifikasi menjadi selulosa xantat.

Selulosa xantat memiliki karakteristik yang tidak mudah terbakar serta tingkat stabilitas termal dan kristalinitas yang tinggi. Adanya stabilitas termal yang tinggi akan membuat hasil yang semakin kristalin (Gericke *et al.*, 2013). Berdasarkan penelitian Puspitasari *et al.* (2017) menunjukkan bahwa dengan adanya kristalinitas yang tinggi maka *beads* akan mudah dibentuk, sehingga pada

penelitian ini prekursor yang digunakan untuk pembuatan *beads* adalah selulosa xantat.

Pembuatan *beads* dilakukan dengan cara mencampurkan alginat dan selulosa xantat hasil ekstraksi. Ren *et al.* (2016) menjelaskan bahwa alginat memiliki sifat yang mudah terdegradasi secara termal dan kristalinitas yang rendah, sehingga penggunaannya diperlukan material lain untuk bereaksi. Menurut Agüero *et al.* (2017) alginat dapat digunakan sebagai pembentuk gel pada pembuatan *beads* karena memiliki sifat hidrofilik yang tinggi, biodegradabilitas, toksisitas rendah, dapat membentuk gel yang stabil dalam media air, memiliki kemampuan *crosslink* yang luar biasa, keberadaan dan kelimpahan yang meningkat, serta adanya sisi aktif dari gugus karboksil yang mampu berikatan dengan kation divalen maupun trivalen (Sönmez *et al.*, 2016). Komposisi alginat dan selulosa xantat perlu diperhatikan karena sangat berpengaruh terhadap pembuatan *beads*. Puspitasari *et al.* (2017) menyebutkan bahwa komposisi alginat-selulosa xantat yang terbaik adalah 1:3 karena memiliki bentuk *beads* yang bulat dengan diameter yang lebih besar (4 mm), sehingga pada penelitian ini menggunakan komposisi alginat-selulosa xantat dengan perbandingan komposisi 1:3.

Penambahan  $\text{TiO}_2$  pada pembuatan *beads* bertujuan untuk menjadikan *beads* sebagai fotodegradator, sehingga *beads* dapat digunakan berulang kali dan tidak berbahaya terhadap lingkungan.  $\text{TiO}_2$  sebagian besar diaplikasikan sebagai zat adsorben, fotokatalis, fotokonduktor, dan material dielektrik. Titanium dioksida ( $\text{TiO}_2$ ) banyak dipergunakan untuk remediasi lingkungan dan untuk aplikasi suatu energi karena aktivitas dan stabilitas yang tinggi, murah, tidak

berbahaya, dan stabil selama iridiasi (Thomas *et al.*, 2016). Menurut Naimah *et al.* (2014) TiO<sub>2</sub> memiliki kemampuan degradasi yang lemah terhadap senyawa target karena TiO<sub>2</sub> memiliki luas permukaan yang kecil, sehingga kontak TiO<sub>2</sub> dengan senyawa target kurang optimal. Untuk mengoptimalkan kekurangan tersebut, TiO<sub>2</sub> dapat dimodifikasi dengan cara diimbangkan pada suatu material yang bertujuan untuk memperluas permukaannya, sehingga kemampuan degradasi terhadap senyawa target akan lebih baik. Salah satu material tersebut yaitu campuran alginat dan selulosa xantat. Berdasarkan penelitian Nagaoka *et al.* (2005) menjelaskan bahwa TiO<sub>2</sub> aktif di daerah sinar ultraviolet. Namun, setelah TiO<sub>2</sub> diimbangkan ke selulosa xantat, panjang gelombang bergeser ke daerah di sinar tampak dan mengakibatkan aktivitas fotokatalitiknya meningkat. Berdasarkan penelitian Dalponte *et al.* (2019) TiO<sub>2</sub> yang ditambahkan ke dalam *beads* alginat memiliki fungsi untuk menghilangkan pewarna yang beracun, serta menunjukkan adanya aktivitas dan kapasitas degradasi yang tinggi. Sarkar *et al.* (2015) menjelaskan bahwa penampilan fisik dari *beads* (TiO<sub>2</sub> diimbangkan ke alginat) memiliki bentuk yang bulat dan berwarna putih, serta nilai degradasi yang optimum ditunjukkan pada perbandingan alginat-TiO<sub>2</sub> 2:1, sedangkan menurut Thomas *et al.* (2016) penambahan TiO<sub>2</sub> pada alginat-selulosa menghasilkan ukuran pori – pori yang lebih besar dibandingkan tanpa penambahan TiO<sub>2</sub>.

Pembuatan *beads* dapat dilakukan dengan metode gelasi ionik (Swarbrick, 2007). Menurut Agüero *et al.* (2017) metode gelasi ionik memiliki kelebihan mudah untuk dilakukan, prosesnya cepat, mudah dikontrol dan murah. Patil *et al.* (2010) menjelaskan metode gelasi ionik didasarkan pada kemampuan polielektrolit berikatan saling silang (*cross-linking*) dengan ion multivalen untuk

membentuk hidrogel. Adanya ikatan saling silang (*cross-linking*) akan menghasilkan partikel *beads* yang lebih kaku dan kuat. Dalam metode ini dapat disempurnakan lagi dengan menambahkan agen *crosslink* untuk membuat *beads* yang lebih stabil (Park dan Yeo, 2007). Salah satu agen *crosslink* yang dapat digunakan adalah  $\text{CaCl}_2$ , karena penggunaan agen *crosslink*  $\text{CaCl}_2$  dengan alginat:selulosa menghasilkan komposit yang lebih stabil dengan kekerasan, ukuran, dan karakter porositas yang optimum (Dewangan *et al.*, 2011). Pada penelitian ini menggunakan konsentrasi agen *crosslink*  $\text{CaCl}_2$  sebesar 3% karena menurut Ibrahim *et al.* (2014) pada konsentrasi 3% memiliki ikatan yang kuat antara  $\text{CaCl}_2$  dengan alginat. Teknik yang digunakan dalam pembuatan *beads* pada penelitian ini adalah teknik *dropping*. Teknik *dropping* dipilih karena merupakan teknik yang sederhana, menghasilkan *beads* dengan diameter yang lebih besar (0,5-3 mm) dan lebih halus (Gericke *et al.*, 2013).

*Beads* memiliki banyak manfaat, salah satunya digunakan sebagai fotodegradator untuk menurunkan kadar metilen biru. Metilen biru memiliki sifat yang berbahaya apabila terhirup, tertelan, terkena mata, maupun terkena kulit (Liu *et al.*, 2017), sehingga pengolahan limbah yang mengandung metilen biru perlu dilakukan untuk mengurangi kadar metilen biru. Salah satu cara untuk mengurangi kadar metilen biru yaitu dengan cara mendegradasinya menggunakan *beads*, karena fotodegradasi merupakan teknik yang efektif, mudah dilakukan, dan aman (Kanki *et al.*, 2004). Berdasarkan penelitian Mallakpour *et al.* (2019) menunjukkan bahwa pada metilen biru 10 ppm memiliki nilai uji degradasi terbaik yaitu 40% pada kondisi di bawah sinar UV dan 28% pada kondisi gelap, sehingga pada penelitian ini metilen biru yang digunakan yakni 10 ppm.

Berdasarkan uraian latar belakang tersebut maka pembuatan *beads* dengan variasi konsentrasi  $\text{TiO}_2$  perlu dilakukan untuk mengetahui kondisi terbaik dari *beads*. Pada penelitian ini, limbah batang jagung dimodifikasi menjadi *beads* selulosa xantat dengan variasi konsentrasi  $\text{TiO}_2$  dengan penambahan *crosslink*  $\text{CaCl}_2$  3%. Agen porogen  $\text{CaCO}_3$  ditambahkan sebanyak 2 gram untuk mendapatkan pori pada *beads*. Hasil *beads* selulosa xantat dikarakterisasi menggunakan UV-Vis DRS untuk mengetahui serapan sinar dan energi celah pita, analisis XRD untuk mengetahui karakteristik kristal, serta analisis SEM-EDX untuk mengetahui karakteristik permukaan dan kandungan unsur di dalamnya serta dilakukan uji fotodegradasi terhadap metilen biru.

## 1.2 Rumusan Masalah

1. Bagaimana pengaruh penambahan *beads* selulosa xantat terhadap  $\text{TiO}_2$  berdasarkan serapan sinar, energi celah pita dan karakteristik kristal serta kemampuan fotodegradasi?
2. Berapa konsentrasi  $\text{TiO}_2$  terbaik dalam pembuatan *beads*  $\text{TiO}_2$ /alginat selulosa xantat berdasarkan uji fotodegradasi?
3. Bagaimana karakterisasi permukaan berdasarkan analisis SEM-EDX *beads*  $\text{TiO}_2$ /alginat selulosa xantat dari konsentrasi  $\text{TiO}_2$  terbaik?

## 1.3 Tujuan

1. Mengetahui pengaruh penambahan *beads* selulosa xantat terhadap  $\text{TiO}_2$  berdasarkan serapan sinar, energi celah pita dan karakteristik kristal serta kemampuan fotodegradasi.



2. Mengetahui konsentrasi  $\text{TiO}_2$  terbaik dalam pembuatan *beads*  $\text{TiO}_2$ /alginat selulosa xantat berdasarkan uji fotodegradasi.
3. Mengetahui karakterisasi permukaan berdasarkan analisis SEM-EDX *beads*  $\text{TiO}_2$ /alginat selulosa xantat dari konsentrasi  $\text{TiO}_2$  terbaik.

#### **1.4 Batasan Masalah**

1. Batang jagung yang digunakan untuk pembuatan *beads* adalah batang jagung dari Kabupaten Sidoarjo.
2. Komposisi alginat-selulosa adalah 1:3.
3. Variasi konsentrasi  $\text{TiO}_2$  yang digunakan adalah 0, 1, 2, dan 3 gram.
4. Agen *crosslink* yang digunakan adalah  $\text{CaCl}_2$  3%.

#### **1.5 Manfaat**

1. Meminimalisir pembuangan limbah batang jagung.
2. Membuat *beads* selulosa xantat dari bahan alami.
3. Mengetahui proses pembuatan *beads* selulosa xantat dari limbah batang jagung.

## BAB II

### TINJAUAN PUSTAKA

#### 2.1 Limbah Batang Jagung

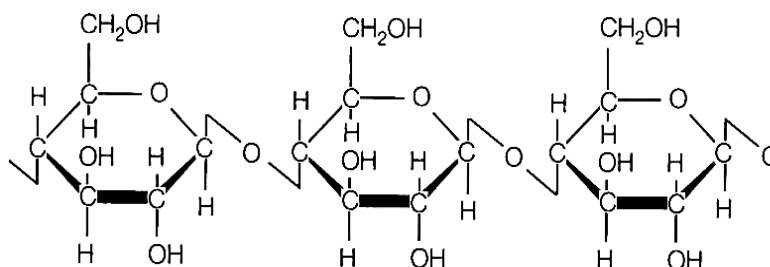
Batang dari tanaman jagung (*Zea mays L.*) memiliki fungsi sebagai tempat untuk menopang tanaman jagung. Batang jagung memiliki sedikit manfaat, sehingga banyak limbah batang jagung yang belum dimanfaatkan. Limbah batang jagung setelah panen mengandung sekitar 38% selulosa, 20% lignin, 7% abu, dan 32% hemiselulosa. Setelah proses delignifikasi batang jagung mengandung sekitar 69% selulosa, 31% hemiselulosa, dan 0% lignin (Boufi dan Chaker, 2016). Banyaknya kandungan selulosa di dalam batang jagung, maka batang jagung berpotensi digunakan sebagai *beads* alginat/TiO<sub>2</sub> selulosa xantat.



Gambar 2.1 Limbah batang jagung

Selulosa adalah suatu homopolimer yang memiliki rumus  $(C_6H_{10}O_5)_n$ . Dimana  $n$  merupakan jumlah pengulangan dari senyawa tersebut. Selulosa terdiri dari rantai panjang unit D-unhydroglucopyranose (AGU) dengan setiap molekul

selulosa memiliki tiga gugus hidroksil per AGU (Lavanya *et al.*, 2011). Struktur selulosa dapat dilihat pada Gambar 2.2.



Gambar 2.2 Struktur selulosa

Pada struktur lignoselulosa, mikrofibril-mikrofibril selulosa dikelilingi oleh hemiselulosa dan lignin (Lee *et al.*, 2014), sehingga perlu dilakukan ekstraksi untuk mendapatkan selulosa yang murni. Selulosa sering digunakan sebagai bahan baku dikarenakan selulosa memiliki sifat mekanik yang baik (kekuatan yang tinggi), kapasitas mengikat air yang tinggi, kemurnian yang relatif tinggi, serta struktur jaringannya yang baik.

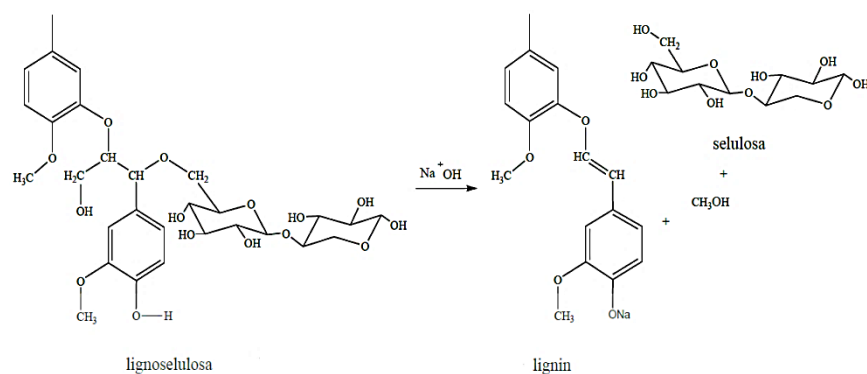
## 2.2 Ekstraksi dan Hidrolisis Selulosa Batang Jagung

### 2.2.1 Proses Delignifikasi

Proses delignifikasi adalah suatu proses pemisahan selulosa dari senyawa lain (hemiselulosa, lignin, dsb). Pelarut yang digunakan dalam proses delignifikasi adalah NaOH, KOH, dan  $\text{NH}_4\text{OH}$ . Namun, pelarut yang paling baik digunakan dalam proses delignifikasi adalah NaOH. Menurut Saleh *et al.* (2009) pelarut NaOH dapat menguraikan dan memecah senyawa non selulosa. Selain itu, pelarut NaOH mampu memisahkan sebagian hemiselulosa serta merusak dan menyerang

struktur lignin pada bagian amorf dan kristalin. Penggunaan pelarut NaOH 10% menghasilkan nilai rendemen tertinggi yaitu 39,72% dengan proses pemanasan selama 90 menit pada suhu 80°C.

Rosdiana *et al.* (2013) menjelaskan bahwa lignin dapat dihilangkan melalui perlakuan alkali dengan cara menambahkan NaOH. Di dalam NaOH, lignin akan membentuk garam fenolat yang dapat larut dalam air. Apabila garam fenolat tersebut terbentuk maka ikatan antara lignin dan selulosa akan terputus dan didapatkan selulosa tanpa lignin. Reaksi pemutusan selulosa dan lignin dengan menggunakan pelarut NaOH ditunjukkan pada Gambar 2.3



Gambar 2.3 Reaksi pemutusan lignin dan selulosa oleh NaOH (Rosdiana *et al.*, 2013)

### 2.2.2 Proses *Bleaching*

Proses *bleaching* bertujuan untuk memutihkan hasil ekstrak, karena pada proses delignifikasi masih didapatkan hasil ekstrak dengan warna kecoklatan (Puspitasari *et al.*, 2017). Menurut Putera, (2012) Zat pemutih yang digunakan untuk memutihkan serat-serat selulosa diantaranya adalah sodium chlorite ( $\text{NaClO}_2$ ), hidrogen peroksida ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ), kaporit ( $\text{CaOCl}_2$ ), natrium peroksida ( $\text{Na}_2\text{O}_2$ ), dan lain-lain. Zat pemutih  $\text{NaClO}_2$  lebih efektif dari HCl dan  $\text{H}_2\text{O}_2$  dan

mampu melarutkan kadar hemiselulosa yang tertinggi yaitu 0,113%, sedangkan HCl melarutkan kadar hemiselulosa sebesar 0,087%, dan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> melarutkan kadar hemiselulosa sebesar 0,062%.

Taherzadeh dan Karimi, (2007) menjelaskan bahwa pada kondisi suhu yang tinggi dan dalam keadaan asam lignin akan mengalami perubahan dan memecah menjadi partikel-partikel yang lebih kecil serta lignin dapat putus dari selulosa. Bhattacharya *et al.* (2008) menyebutkan bahwa pada suhu 70-80°C lignin yang terikat pada selulosa akan mengalami pelarutan. Pelarut yang digunakan sebagai pemberi suasana asam adalah asam asetat. Penambahan asam asetat dilakukan dengan cara meneteskan tetes pertetes sampai pH menjadi 3-5 (Putera, 2012).

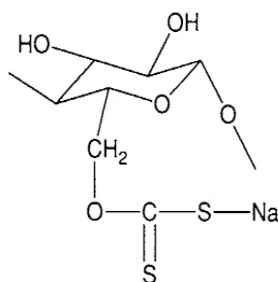
### **2.2.3 Proses Hidrolisis**

Proses hidrolisis pada selulosa bertujuan untuk menguraikan senyawa glukosa oleh senyawa air. Proses hidrolisis menggunakan larutan asam diantaranya adalah HCl, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, dan HNO<sub>3</sub>. Pada penelitian ini menggunakan larutan encer HCl karena berdasarkan penelitian Suvachittanont dan Pookingdao, (2013) serat selulosa dari tongkol jagung yang dihidrolisis menggunakan HCl 1 mmol/L dengan perbandingan 1:20 menghasilkan indeks kristal yang meningkat dari 71,13% menjadi 86,31% dan ukuran kristal mengalami penurunan dari 0,22 menjadi 0,15.

### 2.3 Pembuatan Selulosa Xantat

Selulosa xantat merupakan turunan gugus ester dari selulosa (Sumardjo, 2009). Selulosa xantat memiliki karakteristik yang tidak mudah terbakar serta tingkat stabilitas termal dan kristalinitas yang tinggi. Proses pembuatan selulosa xantat lebih cepat jika dibandingkan lainnya karena reaksi tidak mengalami isolasi (Gericke *et al.*, 2013).

Selulosa xantat merupakan suatu hasil atau produk dari reaksi karbon disulfida ( $\text{CS}_2$ ) dengan selulosa yang membentuk suatu garam (natrium selulosa xantat) yang memiliki rumus kimia  $\text{ROCS}_2^-\text{M}^+$  ( $\text{R}$  = alkil;  $\text{M}^+ = \text{Na}^+$ ) (Heuser, 1943). Struktur dari selulosa xantat ditunjukkan pada Gambar 2.4

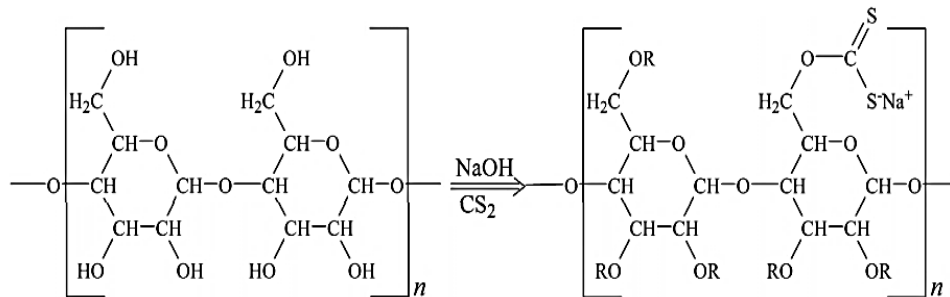


Gambar 2.4 Struktur selulosa xantat (Rodgers dan Waddell, 2005)

Menurut Swatloski *et al.* (2002) menjelaskan bahwa pada pembuatan selulosa xantat, pelarut yang digunakan adalah natrium hidroksida ( $\text{NaOH}$ ). Pelarut  $\text{NaOH}$  yang terbaik terdapat pada konsentrasi 6% yang menghasilkan nilai viskositas sebesar 2,3 – 2,5 Pa.s (Wang *et al.*, 2013) dan 0,024 Pa.s (Puspitasari *et al.*, 2017), sedangkan menurut Haroen dan Wistara, (2008) nilai viskositas dari hasil ekstraksi selulosa dari serbuk kayu yang menggunakan pelarut  $\text{NaOH}$  dengan

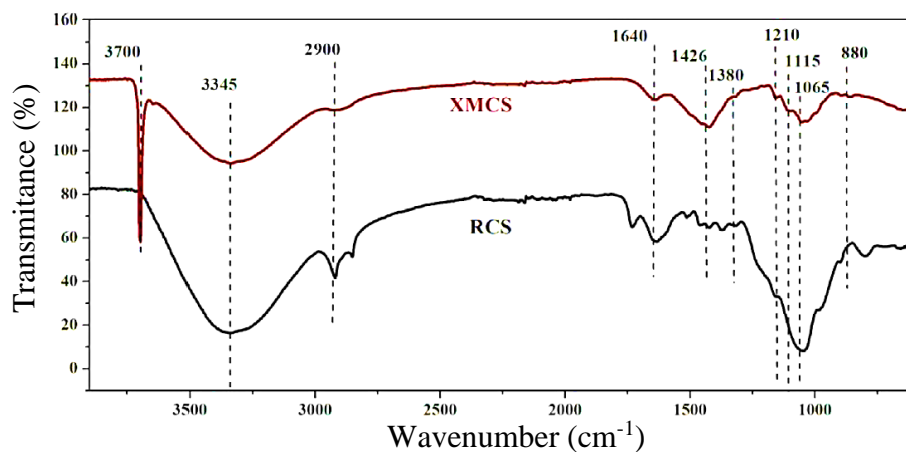
koncentrasi 8% hanya menghasilkan nilai viskositas sebesar 0,006-0,01 Pa.s.

Reaksi pembentukan senyawa selulosa xantat ditunjukkan pada Gambar 2.5



Gambar 2.5 Reaksi pembentukan selulosa xantat (McKeen, 2017)

Menurut (Zheng dan Meng, 2016) spektra FTIR dari batang jagung murni (RCS) dan selulosa xantat (XMCS) ditunjukkan pada Gambar 2.6.



Gambar 2.6 Spektra FTIR dari RCS dan XMCS (Zheng dan Meng, 2016)

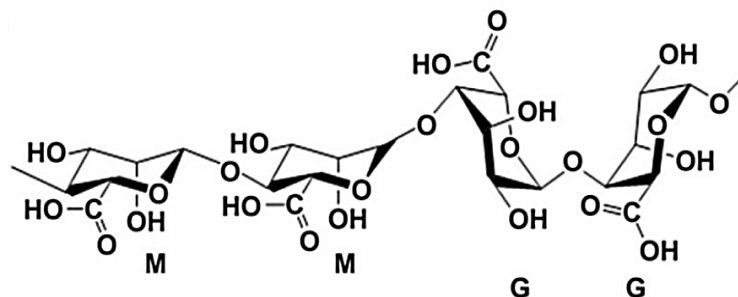
Berdasarkan spektra pada Gambar 2.6, serapan pada kisaran bilangan gelombang 3345, 2900, 1700, 1640, 1380, 1210, dan 1065  $\text{cm}^{-1}$  mengidentifikasi selulosa murni. Serapan H *stretching* dari gugus OH pada bilangan gelombang 3345  $\text{cm}^{-1}$ , gugus C-H (2900  $\text{cm}^{-1}$ ), *stretching* asimetris dari

gugus ester (C-O) pada  $1700\text{ cm}^{-1}$ , mode *bending* dari penyerapan air ( $1640\text{ cm}^{-1}$ ), gugus C-H ( $1380\text{ cm}^{-1}$ ), asimetri *bridge stretching* C-O pada  $1210\text{ cm}^{-1}$ , dan *stretching* C-O-C dari gugus hidroksi primer pada  $1065\text{ cm}^{-1}$ . Setelah penambahan  $\text{CS}_2$ , serapan gugus -O-C(=S)-S- pada kisaran bilangan gelombang 1210, 1115 dan  $1065\text{ cm}^{-1}$ . Bilangan gelombang  $1115\text{ cm}^{-1}$  merupakan ciri khas dari gugus -O-C(=S)-S- (Zheng dan Meng, 2016), sedangkan menurut Rehman *et al.* (2013) pembentukan selulosa xantat ditandai dengan hilangnya lignin dan hemiselulosa. Lignin memiliki kisaran bilangan gelombang  $1500\text{--}1600\text{ cm}^{-1}$  yang mengidentifikasikan cincin aromatik,  $1244\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan gugus C-O-C ikatan eter aromatik. Bilangan gelombang  $1730\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan C=O pada hemiselulosa.

## 2.4 Sodium Alginat

Alginat merupakan polimer anionik yang terjadi secara alami yang diperoleh dari rumput laut coklat, dan telah diselidiki secara luas dan banyak digunakan untuk aplikasi biomedis karena memiliki sifat biokompatibilitas, toksisitas yang rendah, murah, dan gelasi ringan dengan penambahan kation divalen seperti  $\text{Ca}^{2+}$  (Lee dan Mooney, 2012). Menurut Agüero *et al.* (2017) alginat memiliki sifat biodegradabilitas, toksisitas rendah dan fleksibilitas kimia, dapat membentuk gel yang stabil dalam media air dan kondisi ringan dengan penambahan kation multivalen, memiliki kemampuan *crosslink* yang luar biasa, serta sensitivitas pH. Biomaterial berbasis alginat dapat dikembangkan dalam berbagai bentuk seperti *beads*, busa, serat, spons, partikel mikro dan nano. Struktur kimia alginat ditunjukkan pada Gambar 2.7.





Gambar 2.7 Struktur kimia alginat (Lee dan Mooney, 2012)

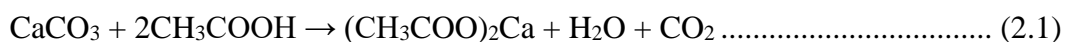
Sönmez *et al.* (2016) menjelaskan bahwa alginat memiliki sifat hidrofilik dan kelimpahan keberadaan tempat pengikatan karena fungsi karboksilatnya. Gugus karboksil dari polimer menginduksi kemampuan untuk membentuk gel dengan adanya polivalenkation dan khususnya dengan ion kalsium seperti  $\text{CaCO}_3$ ,  $\text{CaCl}_2$ ,  $\text{CaCO}_3$ ,  $\text{CaSO}_4$ ,  $\text{CaCO}_3$ , dan garam  $\text{C}_{12}\text{H}_{14}\text{CaO}_{12}$  melalui interaksi ionik. Ion yang biasa digunakan untuk pengikatan silang (*crosslink*) kimia alginat meliputi  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Ba}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$ , dan  $\text{Zn}^{2+}$ . Braccini dan Pérez, (2001) menjelaskan bahwa matriks alginat dapat dibuat melalui ikatan silang (*crosslink*) fisik dan kimia dari rantai polimer. Ikatan silang ionik menghasilkan jaringan tiga dimensi oleh interaksi gugus karbonil dari gugus guluronat dengan kation multivalen dan menimbulkan model “*egg-box*”. Kandungan gugus guluronat yang tinggi mampu meningkatkan porositas dan struktur yang kaku.

## 2.5 Porogen $\text{CaCO}_3$

Jenis porogen yang dapat digunakan untuk pembuatan *beads* diantaranya adalah kalsium karbonat ( $\text{CaCO}_3$ ), sodium klorida ( $\text{NaCl}$ ), sodium bikarbonat ( $\text{NaHCO}_3$ ), kalium klorida ( $\text{KCl}$ ), serta jenis garam lainnya (Purnamasari, 2011). Porogen  $\text{CaCO}_3$  digunakan sebagai agen pori karena menghasilkan produk yang

lebih halus dan memiliki kekuatan mekanik yang lebih tinggi jika dibanding dengan penambahan porogen  $\text{NaHCO}_3$  (Choi *et al.*, 2002). Suvachittanont dan Pookingdao, (2013) juga menjelaskan bahwa apabila semakin banyak porogen  $\text{CaCO}_3$  yang ditambahkan maka akan membuat pori *beads* semakin besar dan permukaan *beads* semakin halus dan sebaliknya apabila konsentrasi porogen  $\text{CaCO}_3$  yang ditambahkan semakin sedikit maka akan membuat pori *beads* semakin kecil dan permukaanya kasar. Yulianti *et al.* (2016) menyebutkan bahwa penambahan porogen  $\text{CaCO}_3$  sebesar 2 gram dapat menjadi kombinasi dalam pengikatan alginat/selulosa komposit *beads* yang baik, serta menghasilkan bentuk permukaan *beads* yang halus dan bulat, rongga-rongga partikelnya memiliki ukuran yang seragam.

Pembentukan pori oleh porogen  $\text{CaCO}_3$  dilakukan dengan cara mereaksikan porogen  $\text{CaCO}_3$  dengan asam asetat ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ) yang akan membentuk sebuah produk berupa gas  $\text{CO}_2$  dalam bentuk gelembung. Reaksi antara  $\text{CaCO}_3$  dan  $\text{CH}_3\text{COOH}$  ditunjukkan pada persamaan 2.1 (Choi *et al.*, 2002):



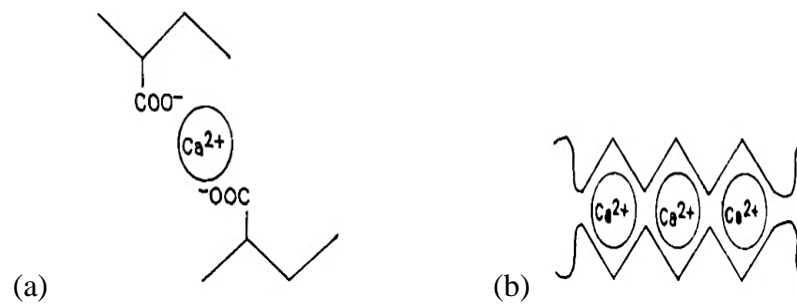
## 2.6 Pembuatan *Beads* $\text{TiO}_2$ /Alginat Selulosa Xantat

*Beads* adalah sebuah partikel berbentuk bola yang memiliki diameter dengan skala antara mikro hingga milimeter (sekitar  $\geq 10 \mu\text{m}$ ). *Beads* sering disebut dengan mikrosfer, pelet, selulosa gel, atau selulosa mutiara. Pembentukan

selulosa *Beads* dimulai dari proses dissolusi, *shaping*, dan regenerasi selulosa (Gericke *et al.*, 2013).

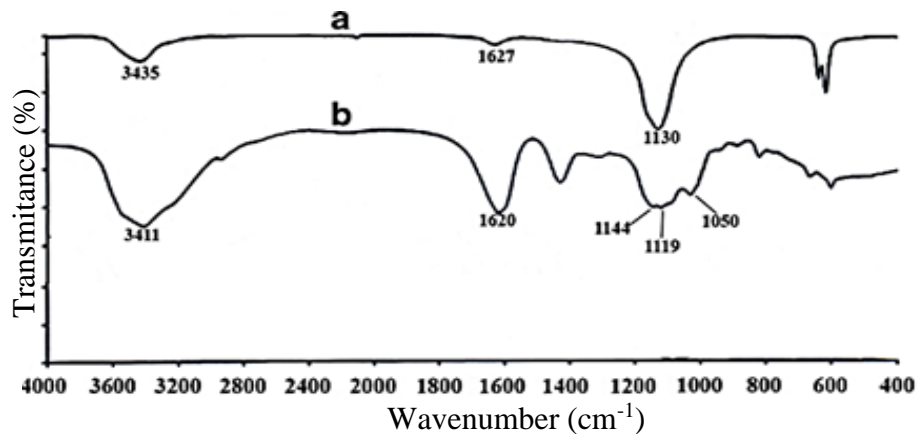
Pembuatan *beads* dapat dilakukan dengan berbagai metode, diantaranya metode pemisahan fase koaservasi, suspensi udara, pengeringan beku dan semprot kering, metode penguapan dan metode gelasi ionik (Swarbrick, 2007). Menurut Agüero *et al.* (2017) metode gelasi ionik memiliki kelebihan mudah untuk dilakukan, prosesnya cepat, mudah dikontrol dan murah. Patil *et al.* (2010) menjelaskan metode gelasi ionik didasarkan pada kemampuan polielektrolit yang berikatan saling silang (*cross-linking*) dengan ion multivalen untuk membentuk hidrogel. Adanya ikatan saling silang (*cross-linking*) akan menghasilkan partikel *beads* yang lebih kaku dan kuat, sehingga pembuatan *beads* ini dilakukan dengan menggunakan metode gelasi ionik dengan teknik *dropping*. Teknik *dropping* merupakan suatu teknik menjatuhkan larutan viskositas ke dalam koagulasi larutan yang dapat menghasilkan *beads* dengan diameter yang lebih besar (0,5-3 mm) dan lebih halus (Gericke *et al.*, 2013).

Dalam metode gelasi ionik dapat disempurnakan lagi dengan menambahkan agen *crosslink* untuk membuat *beads* yang lebih stabil (Park dan Yeo, 2007). Kation divalen ( $\text{Ca}^{2+}$ ) dari agen *crosslink*  $\text{CaCl}_2$  berikatan silang dengan gugus  $-\text{COO}^-$  dari ion blok asam guluronat pada alginat yang membentuk jaringan tiga dimensi model “*egg-box*”. Interaksi tersebut dapat dilihat pada Gambar 2.8 (Bajpai dan Sharma, 2004).

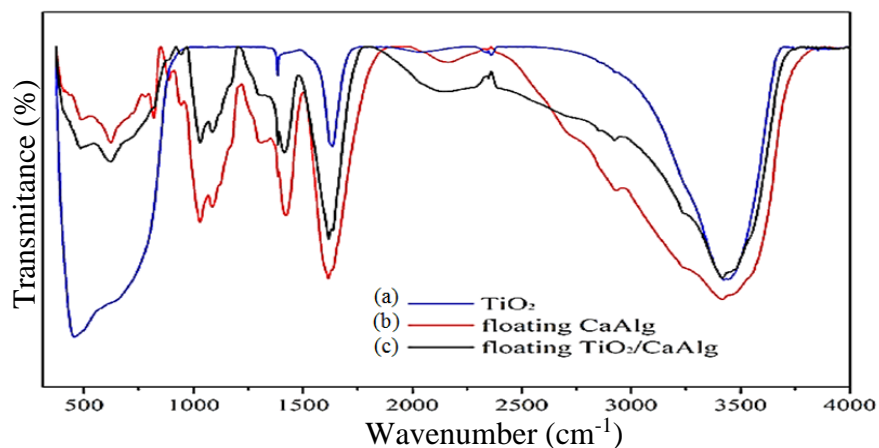


Gambar 2.8 Interaksi ionik antara ion  $\text{Ca}^{2+}$  dan gugus karboksil dalam blok polymannuronate, (b) Gabungan model “egg-box” ion  $\text{Ca}^{2+}$  dalam blok poliguluronat (Bajpai dan Sharma, 2004)

Menurut Kusuktham *et al.* (2014) spektra pada Gambar 2.9 (a) menunjukkan hasil spektra FTIR dari sodium alginat. Pada serapan bilangan gelombang  $1627\text{ cm}^{-1}$  mengidentifikasikan *stretching* gugus  $\text{COO}^-$  simetri, pada puncak  $1130\text{ cm}^{-1}$  mengidentifikasikan *stretching* C-O pada gugus C-O-C, dan puncak lebar pada bilangan gelombang  $3435\text{ cm}^{-1}$  mengidentifikasikan gugus hidroksi ( $\text{OH}$ ). Pada Gambar 2.9 (b) menunjukkan spektra FTIR dari *beads* alginat dengan *crosslink*  $\text{Ca}^{2+}$ . Setelah penambahan *crosslink* terjadi pergeseran puncak C=O dari bilangan gelombang  $1627\text{ cm}^{-1}$  ke  $1620\text{ cm}^{-1}$  akibat ikatan antara ion kalsium ( $\text{Ca}^{2+}$ ) dengan gugus karboksil ( $\text{COO}^-$ ) dari sodium alginat. Bahkan puncak pada bilangan gelombang  $1130\text{ cm}^{-1}$  mengalami penurunan intensitas yang disebabkan karena adanya ikatan kovalen parsial antara kalsium dan atom hidrogen.



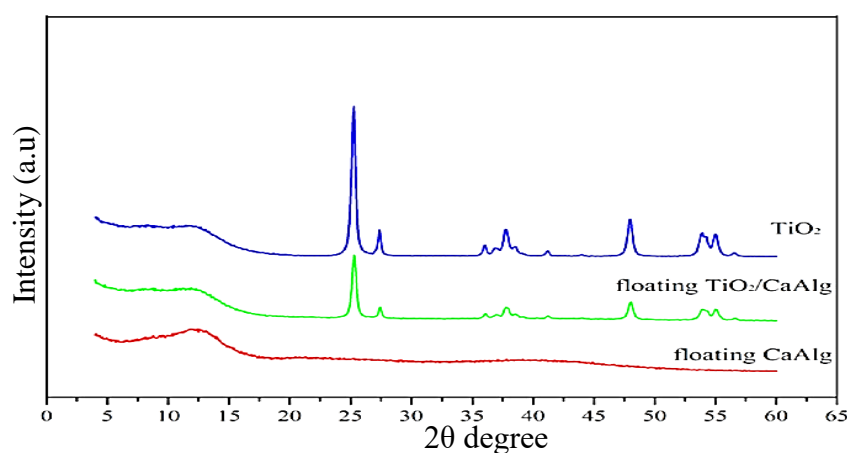
Gambar 2.9 Spektra FTIR dari (a) Sodium alginate dan (b) *Beads* alginat dengan crosslink  $\text{Ca}^{2+}$  (Kusuktham *et al.*, 2014)



Gambar 2.10 Spektra FTIR dari (a) Nanopartikel  $\text{TiO}_2$ , (b) *Floating* kalsium alginat, dan (c) *Floating*  $\text{TiO}_2$ /kalsium alginat (Dalponte *et al.*, 2019)

Berdasarkan Gambar 2.10 puncak pada bilangan gelombang 1615, 1420 dan  $1017\text{ cm}^{-1}$  yang mengidentifikasi vibrasi stretching asimetri gugus  $\text{COO}^-$ , vibrasi stretching simetri gugus  $\text{COO}^-$ , dan ikatan glikosidik (COC) dari alginat. Puncak lebar dengan frekuensi yang lemah pada bilangan gelombang dibawah  $850\text{ cm}^{-1}$  mengidentifikasi vibrasi ikatan  $\text{Ti-O-C}$  dan  $\text{Ti-O-Ti}$ . Puncak pada bilangan gelombang  $3400\text{ cm}^{-1}$  dan  $1650\text{ cm}^{-1}$  mengidentifikasi penyerapan air dan gugus hidroksi (Dalponte *et al.*, 2019).

Berdasarkan spektra XRD pada Gambar 2.11 dari nanopartikel  $\text{TiO}_2$ , kalsium alginat, dan  $\text{TiO}_2$ /kalsium alginat menunjukkan adanya puncak amorf pada kalsium alginat. Bentuk dan lokasi puncak  $\text{TiO}_2$  pada  $\text{TiO}_2$ /kalsium alginat tidak berubah. Hal tersebut menunjukkan adanya proses dispersi pada kalsium alginat, sehingga tidak mempengaruhi bentuk kristal dari  $\text{TiO}_2$ . Puncak difraksi utama muncul pada puncak (101), (110), (103), (004), (112), (200), (105), dan (211), serta pada  $2\theta$  25,42°; 27,81°; 36,28°; 37,97°; 41,42°; 48,21°; 53,97°; dan 55.35°. Dimana nilai tersebut menunjukkan bentuk anatas dari  $\text{TiO}_2$ . Difraksi puncak untuk  $\text{TiO}_2$ /kalsium alginat memiliki intensitas puncak yang rendah yang berasal dari hasil pengenceran natrium alginat dengan kalsium karbonat (Dalponte *et al.*, 2019).

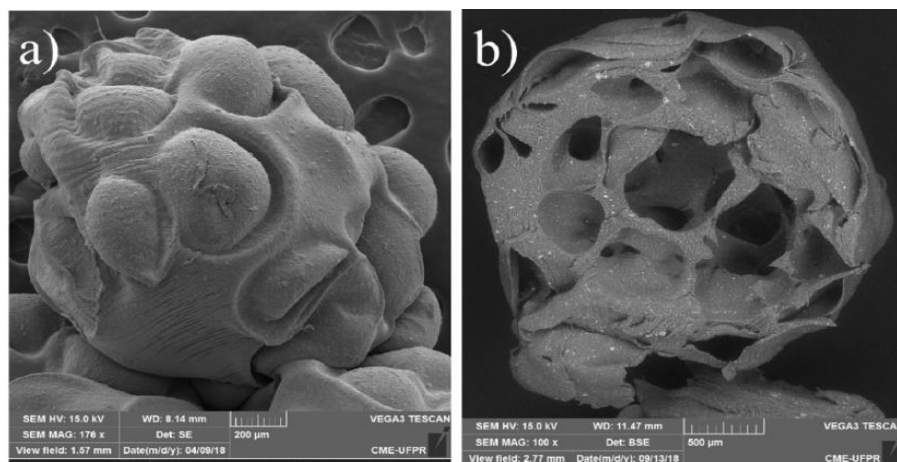


Gambar 2.11 Pola Difraksi dari (a) Nanopartikel  $\text{TiO}_2$ , (b) Kalsium alginat, dan (c)  $\text{TiO}_2$ /kalsium alginat (Dalponte *et al.*, 2019)

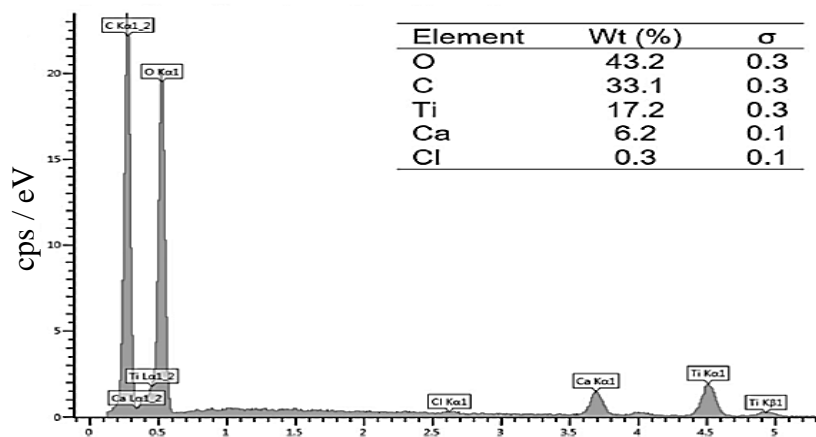
Berdasarkan penelitian Nagaoka *et al.* (2005) menjelaskan bahwa absorbansi dari  $\text{TiO}_2$  berada di daerah ultraviolet, sedangkan *microbeads* ( $\text{TiO}_2$  yang diimbangkan ke dalam selulosa xantat) berada di daerah sinar tampak. Adanya *microbeads* pada sinar tampak disebabkan karena kadar  $\text{TiO}_2$  yang

terkandung di dalamnya sangat sedikit, sehingga partikel  $\text{TiO}_2$  tidak bisa menutupi sebagian besar permukaan *beads*, serta adanya pengaruh pengembangan pada fotokatalis  $\text{TiO}_2$  yang dapat menggeser panjang gelombang ke daerah sinar tampak, sehingga dapat meningkatkan aktivitas fotokatalitiknya.

Menurut Dalponte *et al.* (2019) hasil karakterisasi SEM pada Gambar 2.12(a) *beads* alginat/ $\text{TiO}_2$  menunjukkan bahwa permukaan pada *beads* tidak teratur dan Gambar 2.12(b) *cross-section beads* Alginat/ $\text{TiO}_2$  menunjukkan adanya rongga kosong dalam partikel katalis yang terbentuk, sehingga dapat disimpulkan bahwa fotokatalis  $\text{TiO}_2$  yang diembankan ke dalam *beads* telah mengisi pori-pori *beads*.



Gambar 2.12 Hasil karakterisasi SEM (a) *Beads* alginat/ $\text{TiO}_2$  dan (b) *Cross-section beads* alginat/ $\text{TiO}_2$  (Dalponte *et al.*, 2019)



Gambar 2.13 Spektra permukaan EDX dari *beads* alginat/TiO<sub>2</sub> (Dalponte *et al.*, 2019)

Karakterisasi menggunakan EDX bertujuan untuk mengetahui unsur dalam sampel. Berdasarkan Gambar 2.13 spektra EDX di dalam *beads* alginat/TiO<sub>2</sub> mengandung karbon (C), oksigen (O), kalsium (Ca), dan titanium (Ti) pada permukaan *beads*, keberadaan atom C berasal dari polimer alginat, sedangkan keberadaan atom O disebabkan oleh adanya nanopartikel polimer alginat dan TiO<sub>2</sub>, atom Ca disebabkan karena ikatan silang agen *crosslink* dengan natrium dari polimer alginat, dan atom Ti berasal dari fotokatalis TiO<sub>2</sub> (Dalponte *et al.*, 2019).

## 2.7 Potensi Titanium Dioksida (TiO<sub>2</sub>) sebagai Material Fotokatalis

Fotokatalis merupakan suatu bahan yang dapat meningkatkan laju reaksi oksidasi dan reduksi yang diinduksikan oleh cahaya. Penggunaan fotokatalis dianggap sebagai metode yang efisien untuk memisahkan senyawa polutan. Material yang dapat dijadikan sebagai fotokatalis harus memiliki daerah energi kosong atau disebut dengan energi celah pita (semikonduktor). Beberapa jenis

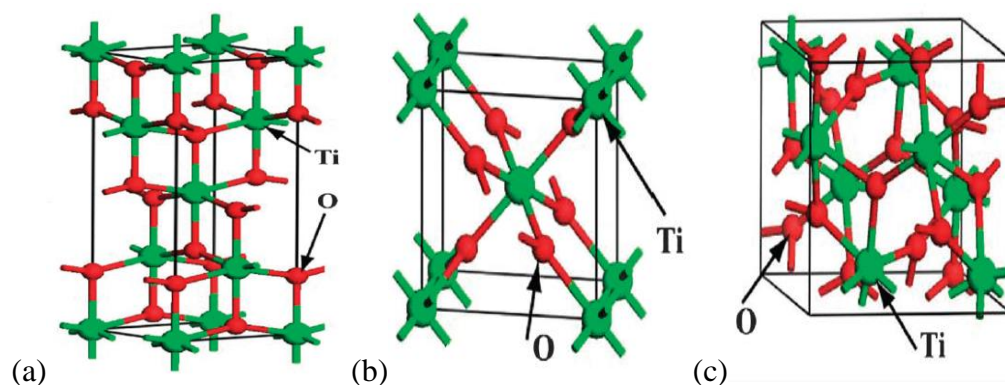


fotokatalis yang digunakan untuk proses fotokatalitik adalah  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{CdS}$ ,  $\text{ZnO}$ ,  $\text{GaP}$ ,  $\text{SiC}$ ,  $\text{WO}_3$ , dan  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  (Widi, 2018).

Semikonduktor merupakan bahan yang memiliki konduktivitas listrik yang berada diantara konduktor dan isolator. Semikonduktor memiliki pita konduksi yang kosong dan pita valensi yang terisi penuh, serta kedua pita tersebut dipisahkan oleh celah yang disebut energi celah pita. Energi celah pita yang dimiliki semikonduktor tidak terlalu besar yaitu 0,5-3,0 eV, nilai tersebut lebih kecil dari energi celah pita isolator (6,0 eV). Hal ini terjadi yang karena pada semikonduktor terjadi perpindahan elektron dari pita valensi ke pita konduksi dengan adanya energi luar yang memenuhi (biasanya energi panas), sedangkan pada isolator tidak terjadi perpindahan (Kittel, 2005)

Titanium dioksida ( $\text{TiO}_2$ ) adalah salah satu semikonduktor yang paling banyak digunakan sebagai bahan untuk remediasi lingkungan dan aplikasi fotokatalis karena aktivitasnya yang tinggi, kestabilan kimia dan termal yang tinggi, murah, non toksik, dan stabil selama iradiasi (Thomas *et al.*, 2016). Menurut Zhang *et al.* (2014)  $\text{TiO}_2$  bekerja aktif sebagai fotokatalis dengan menyerap sinar pada panjang gelombang 385-410 nm dan memiliki energi celah pita 3,0 – 3,2 eV (3,0 eV untuk *rutile* dan 3,2 eV untuk *anatase*).  $\text{TiO}_2$  memiliki tiga polimorf (struktur kristalin), yaitu *anatase*, *rutile*, dan *brookite*. *Rutile* adalah fasa stabil, sedangkan *anatase* dan *brookite* merupakan fasa metastabil. Aktivitas fotokatalitik  $\text{TiO}_2$  sangat tergantung pada struktur fasa, ukuran kristal, luas permukaan, dan struktur pori. Dari ketiga struktur kristal  $\text{TiO}_2$ , *anatase* memiliki kemampuan aktivitas fotokatalitik yang tinggi dibandingkan dengan yang lain karena *anatase* memiliki struktur pori yang besar, serta memiliki energi celah pita

yang lebih besar (3,2 eV) dibandingkan dengan energi celah pita *rutile* (3,0 eV) (Matthew dan Hennek, 2007). Struktur kristal  $\text{TiO}_2$  ditampilkan pada Gambar 2.14.



Gambar 2.14 Struktur kristal  $\text{TiO}_2$  fasa (a) *Anatase*, (b) *Rutile*, dan (c) *Brookite* (Zhang *et al.*, 2014)

## 2.8 Uji Fotodegradasi

Fotodegradasi yaitu proses penguraian senyawa zat organik menjadi senyawa yang lebih aman bagi lingkungan dengan bantuan energi foton. Proses fotodegradasi didasarkan pada prinsip fotokatalitik yang membutuhkan fotokatalis semikonduktor (Wardhani *et al.*, 2016). Fotokatalitik merupakan suatu proses yang melibatkan interaksi antara fotokimia dengan katalis. Sedangkan katalis yang digunakan dalam fotokatalisis disebut dengan fotokatalis. Fotokatalis yang digunakan dalam metode fotodegradasi antara lain:  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{CdS}$  dan  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  serta radiasi sinar ultraviolet (UV) dengan panjang gelombang sesuai dengan energi celah yang dimiliki oleh bahan semikonduktor tersebut (Wardhani *et al.*, 2016).

Berdasarkan penelitian Mallakpour *et al.* (2019) menunjukkan bahwa proses fotodegradasi metilen biru 10 ppm oleh fotokatalis  $\text{TiO}_2$  pada kondisi di bawah sinar UV memiliki nilai persentase degradasi 40%, sedangkan pada kondisi

gelap memiliki persentase degradasi lebih kecil daripada kondisi di bawah sinar UV, yaitu 28%. Hal tersebut terjadi karena pada kondisi gelap tidak terjadi aktivitas fotokatalitik.

Berdasarkan penelitian Sarkar *et al.* (2015) bahwa proses fotodegrasi lebih maksimal apabila dilakukan setelah proses adsorpsi. Secara umum, laju setiap reaksi katalitik meningkat dengan konsentrasi katalis yang ditambahkan karena laju tersebut sebanding dengan ketersediaan jumlah situs aktif pada permukaannya, serta efisiensi degradasi fotokatalitik meningkat dengan konsentrasi  $\text{TiO}_2$  hingga tingkat tertentu dan setelah itu, situasinya terbalik karena disebabkan adanya hamburan iradiasi UV yang terjadi pada permukaan  $\text{TiO}_2$ . Hasil uji fotokatalitik optimum terjadi pada rasio 2,0 dan pada rasio 4,0 mengalami penurunan laju fotokatalitik. Hal tersebut terjadi karena adanya penurunan jumlah foton atau terjadi peningkatan hamburan UV dari permukaan katalis dengan meningkatnya  $\text{TiO}_2$ . Selain itu, dapat disebabkan karena adanya penyusutan volume aktif dari situs aktif.

## 2.9 Perspektif Islam dalam Pemanfaat Batang Jagung

Allah Swt. telah menciptakan macam-macam tumbuhan yang baik serta memiliki banyak manfaat bagi kesejahteraan manusia. Sebagaimana Allah Swt. berfirman dalam QS. Asy-Syu'araa (26) ayat 7.

أَوَلَمْ يَرَوْا إِلَى الْأَرْضِ كَمْ أَنْبَتْنَا فِيهَا مِنْ كُلِّ زَوْجٍ كَرِيمٍ

Artinya: “Dan apakah mereka tidak memperhatikan bumi, betapa banyak Kami tumbuhkan di bumi itu berbagai macam (tumbuh-tumbuhan) yang baik?”

Menurut Quthb (2004) ayat tersebut menjelaskan bahwa tumbuh-tumbuhan itu mulia dengan segala kehidupan yang ada di dalamnya yang bersumber dari Allah yang Maha Mulia dan tumbuh-tumbuhan yang baik tersebut diciptakan dengan memiliki banyak manfaat dan kegunaan, serta mengisyaratkan kepada manusia untuk menerima dan merespons ciptaan Allah dengan sikap yang memuliakan, memperhatikan, dan memperhitungkannya, bukan menghinakan, melalaikan, dan meremehkannya, sedangkan Shihab (2000) menjelaskan bahwa lafaz (مِنْ كُلِّ زَوْجٍ كَرِيمٍ) memiliki makna bahwa tumbuhan yang baik adalah tumbuhan yang memiliki manfaat.

Salah satu tumbuhan yang baik adalah tanaman jagung. Allah menciptakan tanaman jagung untuk memenuhi kebutuhan manusia. Namun, masih banyak bagian tanaman jagung, seperti batang jagung yang memiliki sedikit manfaat, sehingga menimbulkan banyaknya limbah batang jagung yang dapat mencemari lingkungan apabila terus dibiarkan. Oleh sebab itu, dengan dilengkapi ilmu pengetahuan dan akal pikiran maka manusia berhak mengelola dan merawatnya sebagaimana telah disebutkan dalam Al-Qur'an pada QS. Ali 'Imran (3) ayat 190.

إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضِ وَاخْتِلَافِ اللَّيْلِ وَالنَّهَارِ لَآيَاتٍ لِأُولِي الْأَلْبَابِ

Artinya: “*Sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi, dan pergantian malam dan siang terdapat tanda-tanda (kebesaran Allah) bagi orang yang berakal*”

Menurut Abdullah (2004) lafaz (لَايَاتٍ لِأُولَى الْأَنْبَابِ) menunjukkan bahwa

manusia mempunyai akal yang sempurna lagi bersih, yang mengetahui hakikat banyak hal secara jelas dan nyata, sedangkan menurut Quthb (2004) *ulul albab* merupakan orang-orang yang memiliki pemikiran dan pemahaman yang benar. Dengan adanya akal pikiran dan ilmu pengetahuan serta sebagai makhluk *ulul albab*, maka kita mampu membuat batang jagung hasil limbah yang awalnya memiliki sedikit manfaat menjadi banyak kegunaannya. Mampu diketahui bahwa kandungan dalam batang jagung masih bisa dimanfaatkan, salah satunya yaitu kandungan selulosanya yang dapat dimodifikasi menjadi selulosa xantat dan dijadikan sebagai *beads* selulosa xantat yang memiliki banyak manfaat, di antaranya sebagai fotodegradator dan adsorben.

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

#### **3.1 Waktu dan Tempat Penelitian**

Penelitian ini akan dilakukan pada rentang waktu bulan Agustus-September 2020 di Laboratorium Riset Kimia Fisika Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.

#### **3.2 Alat dan Bahan**

##### **3.2.1 Alat**

Alat yang digunakan untuk penelitian ini adalah seperangkat alat gelas, seperangkat alat *reflux*, neraca analitik, kertas pH, oven, desikator, cawan porselen, kertas saring, termometer, penjepit kayu, sentrifugasi, *hot plate*, *aluminium foil*, *magnetic stirrer*, *hair dryer*, *shaker incubator*, *syringe needle* 18G, fotoreaktor, FTIR, XRD, spektrofotometer UV-Vis DRS, dan SEM-EDX.

##### **3.2.2 Bahan**

Bahan yang digunakan untuk penelitian ini adalah limbah batang jagung dari Kabupaten Sidoarjo, natrium hidroksida (NaOH) p.a, asam asetat (CH<sub>3</sub>COOH) p.a, HCl 37% p.a, natrium klorit (NaClO<sub>2</sub>) p.a, karbon disulfida (CS<sub>2</sub>), titanium dioksida (TiO<sub>2</sub>) anatas, kalsium karbonat (CaCO<sub>3</sub>) p.a, kalsium klorida (CaCl<sub>2</sub>) p.a, natrium alginat (C<sub>6</sub>H<sub>7</sub>O<sub>6</sub>Na)<sub>n</sub>, metilen biru, akuades, dan akuademin.

### 3.3 Rancangan Penelitian

Jenis penelitian yang dilakukan adalah penelitian yang bersifat laboratorium eksperimental. Limbah batang jagung diekstraksi basah (NaOH) untuk mendapatkan selulosa. Selulosa yang didapat ditambahkan NaOH 6% untuk membentuk selulosa xantat diidentifikasi berdasarkan gugus fungsi. Kemudian dilakukan pembuatan *beads* dengan komposisi alginat - selulosa xantat adalah 1:3, ditambahkan  $\text{TiO}_2$  dengan variasi konsentrasi  $\text{TiO}_2$  sebesar 0, 1, 2, dan 3 gram serta ditambahkan porogen  $\text{CaCO}_3$  2 gram. Selanjutnya diidentifikasi berdasarkan karakteristik struktur, daerah serapan sinar dan energi celah pita, karakteristik permukaan, dan kemampuan fotodegradasinya. Penamaan pada sampel ditampilkan pada Tabel 3.1

Tabel 3.1 Penamaan sampel

	Nama Sampel
<i>Beads</i> dengan komposisi $\text{TiO}_2$ 0 gram	<i>Beads</i> 0
<i>Beads</i> dengan komposisi $\text{TiO}_2$ 1 gram	<i>Beads</i> 1
<i>Beads</i> dengan komposisi $\text{TiO}_2$ 2 gram	<i>Beads</i> 2
<i>Beads</i> dengan komposisi $\text{TiO}_2$ 3 gram	<i>Beads</i> 3

Data yang dihasilkan adalah sebagai berikut:

Tabel 3.2 Data karakterisasi FTIR

Tahapan	Spektra IR
Serbuk batang jagung	A
Hasil Ekstraksi	B
Pembuatan selulosa xantat	C

Tabel 3.3 Data karakterisasi UV-Vis DRS

Tahapan	Spektra UV-Vis DRS
TiO <sub>2</sub>	TiO <sub>2</sub> anatas
<i>Beads</i> variasi komposisi TiO <sub>2</sub> 0; 1; 2; 3 gram	<i>Beads</i> 0; <i>Beads</i> 1; <i>Beads</i> 2; <i>Beads</i> 3

Tabel 3.4 Data karakterisasi XRD

Tahapan	Spektra XRD
<i>Beads</i> variasi komposisi TiO <sub>2</sub> 1; 2; 3 gram	<i>Beads</i> 1; <i>Beads</i> 2; <i>Beads</i> 3

Tabel 3.5 Data uji fotodegradasi

Dengan Lampu	Tanpa Lampu
<i>Beads</i> konsentrasi TiO <sub>2</sub> 0 gram	<i>Beads</i> konsentrasi TiO <sub>2</sub> 0 gram
<i>Beads</i> konsentrasi TiO <sub>2</sub> 1 gram	<i>Beads</i> konsentrasi TiO <sub>2</sub> 1 gram
<i>Beads</i> konsentrasi TiO <sub>2</sub> 2 gram	<i>Beads</i> konsentrasi TiO <sub>2</sub> 2 gram
<i>Beads</i> konsentrasi TiO <sub>2</sub> 3 gram	<i>Beads</i> konsentrasi TiO <sub>2</sub> 3 gram

### 3.4 Tahapan Penelitian

1. Preparasi sampel.
2. Ekstraksi selulosa dari batang jagung.
3. Pembuatan selulosa xantat.
4. Pembuatan *beads*
5. Karakterisasi.
6. Uji fotodegradasi.
7. Analisa data.



### 3.5 Pelaksanaan Penelitian

#### 3.5.1 Preparasi Sampel

Batang jagung yang diperoleh dari limbah pertanian dibersihkan dan dikeringkan di bawah sinar matahari hingga kering maksimal. Selanjutnya digiling dan diayak menggunakan ayakan ukuran 100 mesh. Hasil ayakan dioven pada suhu 90°C selama 24 jam. Hasil yang didapatkan dikarakterisasi menggunakan FTIR (Puspitasari *et al.*, 2017)

#### 3.5.2 Ekstraksi Selulosa dari Batang Jagung

Serbuk batang jagung hasil preparasi ditimbang sebanyak 50 gram dan direndam di dalam 1000 mL NaOH 10% pada suhu 80°C selama 90 menit dan dihasilkan *pulp*. *Pulp* yang dihasilkan dicuci beberapa kali menggunakan akuades dan diperas. Selanjutnya, ditambahkan 200 mL NaClO<sub>2</sub> 1% dan CH<sub>3</sub>COOH 10% hingga pH 5 pada suhu 75°C selama 1 jam. Kemudian dicuci menggunakan akuades hingga pH netral. Selulosa yang dihasilkan dihidrolisis asam dengan ditambahkan HCl 5% dengan perbandingan (1:20) selama 1 jam pada suhu 95°C (Suvachittanont dan Pookingdao, 2013). Hasil yang didapatkan dikarakterisasi menggunakan FTIR.

#### 3.5.3 Pembuatan Selulosa Xantat

Selulosa hasil ekstraksi diambil 5 gram dan direndam selama 3 jam di dalam 40 mL NaOH 20%. Kemudian disaring dan diperas hingga tuntas, sehingga didapatkan microfiber selulosa dan filtrat. Selanjutnya, dilakukan proses *aging* yaitu microfiber selulosa didiamkan pada suhu kamar selama 60 jam dan

didapatkan selulosa alkali. Setelah itu, selulosa alkali ditambahkan dengan CS<sub>2</sub> 98% sebanyak 2,5 mL serta dilarutkan ke dalam NaOH 6% sebanyak 30 mL. Kemudian *dishaker* dengan kecepatan 150 rpm selama 3 jam pada suhu 25°C untuk mendapatkan larutan viskositas (Wang *et al.*, 2013). Larutan viskositas yang dihasilkan dikarakterisasi menggunakan FTIR.

#### **3.5.4 Pembuatan *Beads***

TiO<sub>2</sub> ditimbang sebanyak 1,2, dan 3 gram dan dilarutkan ke dalam 200 mL aquademin dan diaduk selama 30 menit. Kemudian ditambahkan natrium alginat sebanyak 4 gram dan diaduk hingga homogen (Sarkar *et al.*, 2015). Selanjutnya, larutan ditambahkan dengan 12 mL selulosa xantat dan 2 gram CaCO<sub>3</sub> dan dihomogenkan hingga sempurna. Larutan diteteskan menggunakan *syringe* ke dalam CaCl<sub>2</sub> 3% sebanyak 200 mL. *Beads* yang dihasilkan didiamkan pada suhu ruang selama 24 jam. Kemudian *Beads* yang terbentuk disaring dan dicuci dengan aquademin (Puspitasari *et al.*, 2017).

*Beads* yang dihasilkan ditambahkan HCl 1 mmol/L dengan perbandingan 1:8. Kemudian *dishaker* dengan kecepatan 150 rpm hingga tidak muncul gelembung (apabila masih muncul gelembung, maka ditambahkan HCl 1 mmol/L sedikit demi sedikit hingga tidak muncul gelembung). *Beads* yang dihasilkan disaring dan dicuci dengan aquademin hingga pH netral. Kemudian dikeringkan selama 5 jam pada suhu 37°C (Azizah *et al.*, 2018). Dilakukan dengan tahap yang sama pada variasi TiO<sub>2</sub> 0, 2, dan 3.

### 3.5.5 Karakterisasi

#### 3.5.5.1 Karakterisasi Gugus Fungsi Selulosa dan Selulosa Xantat

Karakterisasi gugus fungsi dilakukan dengan pengujian FTIR. Preparasi sampel yang dilakukan adalah dengan menggunakan metode pelet KBr. Sebanyak 1 – 100 mg *beads* dihaluskan dan dicampurkan dengan 100 mg KBr. Selanjutnya dicetak menjadi pelet dan dianalisis.

#### 3.5.5.2 Karakterisasi dengan Difraksi Sinar-X (XRD)

Difraksi Sinar-X (XRD) digunakan untuk mengidentifikasi kekristalan dan fase kristal katalis dengan radiasi Cu K $\alpha$  ( $\lambda=1.5406$  Å) pada 10 kV dan 30 mA,  $2\theta$  20-50° dan kecepatan scan 0,02°/detik. *Beads* dihaluskan dan ditempatkan pada preparat dan dipress. Selanjutnya ditempatkan pada sampel holder dan disinari dengan sinar-X.

#### 3.5.5.3 Karakterisasi Daerah Serapan Sinar dan Energi Celah Pita

Karakterisasi daerah serapan sinar dan energi celah pita pada *beads* dianalisis menggunakan UV-Vis *Diffuse Reflectance Spectroscopy*. *Beads* dihaluskan dan ditempatkan pada sample holder, kemudian diukur persentase reflektannya pada rentang panjang gelombang 200-800 nm (Thomas *et al.*, 2016).

#### 3.5.5.4 Karakterisasi Permukaan

Karakterisasi permukaan *beads* dianalisis menggunakan SEM-EDX. *Beads* ditempatkan dan diletakkan diatas SEM *specimen holder*. Pengujian dilakukan menggunakan perbesaran 10.000-50.000 kali.

### **3.5.5.5 Uji Aktivitas Fotoderadasi *Beads* dengan Menggunakan Metilen Biru**

#### **3.5.5.5.1 Penentuan Panjang Gelombang Optimum Metilen Biru**

Larutan metilen biru 10 ppm diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 400-700 nm. Nilai absorbansi terbesar merupakan panjang gelombang optimum.

#### **3.5.5.5.2 Pembuatan Kurva Standar**

Larutan baku metilen biru dibuat dengan konsentrasi 1, 2, 4, 6, 8, dan 10 ppm. Dilakukan pengukuran absorbansi larutan menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang optimum yang sudah ditentukan. Kemudian dibuat kurva standar dengan sumbu  $x$  sebagai konsentrasi dan sumbu  $y$  sebagai absorbansi, sehingga diperoleh persamaan garis  $y = ax + b$ .

#### **3.5.5.5.3 Uji Aktivitas Fotodegradasi**

*Beads* ditimbang sebanyak 0,1 gram dan ditambahkan 25 mL metilen biru 10 mg/L, dilakukan penyinaran dengan menggunakan sinar UV serta tanpa sinar UV (kondisi gelap) dalam fotoreaktor. Pengukuran absorbansi metilen biru dilakukan selama 240 menit penyinaran (Mallakpour *et al.*, 2019) dan dilakukan duplo.

### **3.5.6 Analisis Data**

1. Hasil gugus fungsi dari spektra IR dibandingkan dengan literatur dan diidentifikasi adanya senyawa yang hilang sesuai mekanisme reaksi, interaksi fisika, dan kimia.

2. Hasil pengujian XRD berupa difraktogram dan puncak sudut  $2\theta$  dibandingkan dengan JCPDS (*Joint Committee on Powder Diffraction Standard*) sebagai acuan data difraktogram. Ukuran kristal ditentukan dengan menggunakan persamaan Debye-Scherrer yang ditunjukkan pada Persamaan 3.1.

$$D = \frac{k\lambda}{\beta \cos\theta} \dots\dots\dots (3.1)$$

dengan  $D$  adalah ukuran partikel (nm),  $\lambda$  adalah panjang gelombang radiasi,  $K$  adalah konstanta (0,9), sedangkan  $\beta$  adalah integrasi luas puncak refleksi (FWHM, radian).

3. Data yang diperoleh dari hasil karakterisasi dengan UV-Vis DRS akan dianalisa dengan menggunakan persamaan Kubelka-Munk yang ditunjukkan pada Persamaan 3.2.

$$F(R) = \frac{(1-R)^2}{2R} = \frac{k}{s} \dots\dots\dots (3.2)$$

dengan  $F(R)$  = faktor Kubelka-Munk,  $k$  adalah koefisien absorpsi molar,  $s$  adalah koefisien *scattering*,  $R$  adalah nilai reflektan yang diukur terhadap standar. Nilai energi celah pita ditentukan dari membuat plot antara antara  $(F(R)*h\nu)^{1/2}$  (sebagai sumbu  $y$ ) vs energi foton ( $h\nu$ ) (sebagai sumbu  $x$ ). Energi foton ( $h\nu$ ) dihitung dari  $h\nu=hc/\lambda$  dengan  $c$  adalah tetapan cahaya dan  $h$  adalah tetapan plank. Energi celah pita dihitung secara regresi linier pada nilai  $x$  ( $h\nu$ =energi celah pita) ketika  $y=0$ .

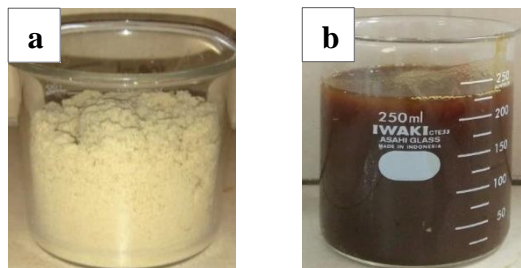
4. Data yang diperoleh dari hasil karakterisasi menggunakan SEM-EDX adalah mikrograf dan spektra atomik. Dari gambar yang diperoleh selanjutnya akan dianalisis dengan menggunakan *software image-J* untuk mengetahui ukuran partikelnya.

## BAB IV

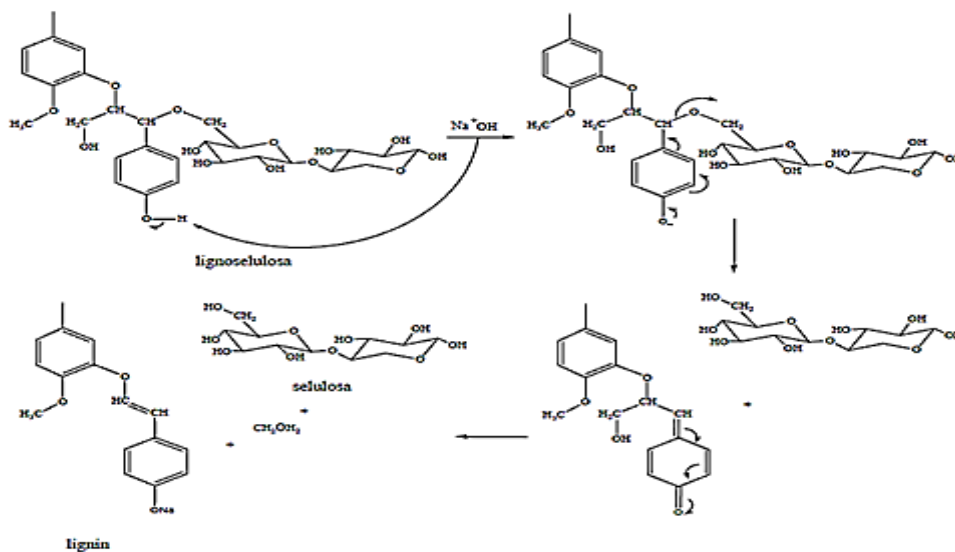
### HASIL DAN PEMBAHASAN

#### 4.1 Ekstraksi Selulosa

Ekstraksi selulosa bertujuan untuk memisahkan selulosa dengan senyawa lainnya yang dilakukan dengan menggunakan beberapa tahap, yaitu delignifikasi, pemutihan (*bleaching*), dan hidrolisis. Tahap pertama yakni delignifikasi dengan penambahan NaOH 10% yang bertujuan untuk melarutkan lignin di dalam serbuk batang jagung ditandai dengan adanya warna hitam (lindi hitam) dari garam fenolat yang ditunjukkan pada Gambar 4.1(b). Mekanisme reaksi yang terjadi selama proses delignifikasi ditampilkan pada Gambar 4.2, dimana penambahan NaOH bertujuan untuk memecah ikatan antara hidrogen dan oksigen. Gugus OH<sup>-</sup> pada NaOH menyerang atom H yang terikat pada gugus OH fenolik lignin dan dilanjutkan dengan resonansi, sehingga ikatan antara lignin dengan selulosa terputus. Lignin yang terputus bermuatan negatif dan berikatan dengan Na<sup>+</sup> pada NaOH membentuk garam fenolat.

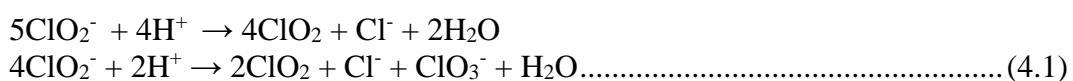


Gambar 4.1 (a) Serbuk batang jagung dan (b) Lindi hitam

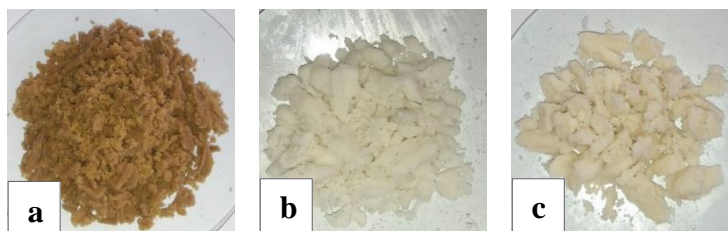


Gambar 4.2 Mekanisme reaksi pemutusan ikatan lignin dengan selulosa (Rosdiana *et al.*, 2013, telah diolah kembali)

Proses delignifikasi menghasilkan *pulp* yang berwarna coklat seperti Gambar 4.3(a). Hal tersebut menunjukkan bahwa setelah proses delignifikasi masih terdapat lignin dan proses delignifikasi ini tidak mampu melarutkan lignin secara keseluruhan. Oleh karena itu, dilanjutkan dengan proses pemutihan (*bleaching*) menggunakan natrium klorit ( $\text{NaClO}_2$ ) sebesar 1% sebagai zat pemutih yang berfungsi untuk mendegradasi sisa lignin yang tersisa pada proses delignifikasi yang ditandai dengan berubahnya warna hasil ekstrak menjadi putih seperti Gambar 4.3(b). Pada saat kondisi asam, natrium klorit ( $\text{NaClO}_2$ ) terdekomposisi dan menghasilkan gas pengoksidasi yang kuat yang dikenal dengan klorin dioksida ( $\text{ClO}_2$ ) yang mampu mengoksidasi struktur lignin sehingga larut dalam air dan reaksinya ditunjukkan pada persamaan reaksi (4.1) (Rahmidar *et al.*, 2018).



Tahap terakhir dari ekstraksi selulosa yaitu proses hidrolisis menggunakan larutan HCl 5% yang merupakan kelanjutan dari proses delignifikasi yaitu memisahkan selulosa dari senyawa lignin atau menghilangkan residu lignin dan hemiselulosa yang masih tersisa. Menurut Ahmad *et al.* (2016) hidrolisis juga berpengaruh terhadap kristalinitas dari selulosa yang dihasilkan. Dimana kristalinitas selulosa akan berpengaruh terhadap daya ikat antara selulosa dengan alginat dalam pembentukan *beads*. Proses hidrolisis menghasilkan ekstrak selulosa dengan warna putih kekuningan sebagaimana Gambar 4.3(c).



Gambar 4.3 (a) *Pulp* hasil delignifikasi, (b) *Pulp* hasil *bleaching*, dan (c) Selulosa hasil ekstraksi

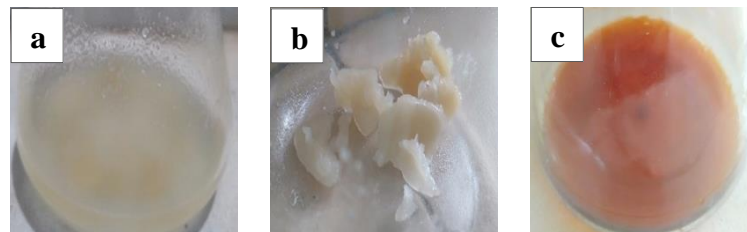
Dari hasil ekstraksi didapatkan ekstrak selulosa sebanyak 32 gram dari 50 gram serbuk batang jagung, serta nilai rendemennya sebesar 36%. Penurunan berat pada serbuk batang jagung ini menunjukkan bahwa senyawa-senyawa selain selulosa (lignin dan hemiselulosa) telah berhasil dipisahkan. Hasil tersebut hampir sama dengan penelitian yang dilakukan Puspitasari *et al.* (2017) yaitu menghasilkan nilai rendemen sebesar 32,2%.

## 4.2 Pembuatan Selulosa Xantat

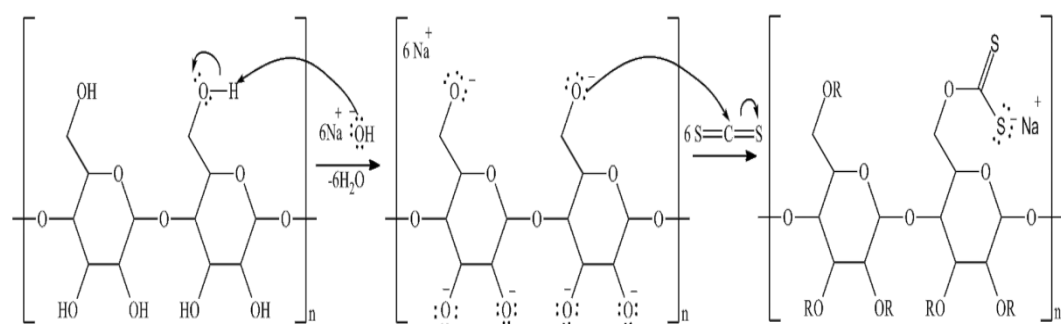
Hasil ekstrak selulosa dari proses ekstraksi direaksikan dengan NaOH 20% guna mendapatkan alkali selulosa yang ditampilkan pada Gambar 4.4(a).



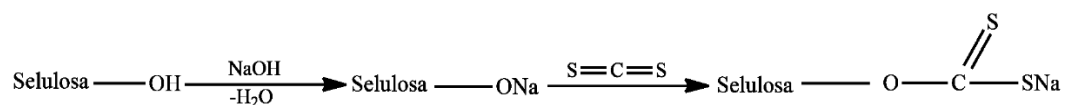
Selanjutnya, alkali selulosa direaksikan dengan  $\text{CS}_2$  dan dilarutkan dengan  $\text{NaOH}$  untuk menghasilkan selulosa xantat yang berwarna oranye dan berupa larutan viskositas yang ditampilkan pada Gambar 4.4(c). Pembuatan selulosa xantat bertujuan untuk meningkatkan stabilitas termal karena menurut Puspitasari *et al.* (2017) menyebutkan bahwa dengan adanya stabilitas termal yang tinggi maka kristalinitas akan tinggi pula. Dimana kristalinitas yang tinggi mampu meningkatkan daya ikat antara alginat dengan selulosa sehingga *beads* akan mudah dibentuk.



Gambar 4.4 (a) Alkali selulosa, (b) Selulosa setelah proses *aging*, dan (c) Selulosa xantat



Keterangan : R =  $\text{—C(=S)SNa}$

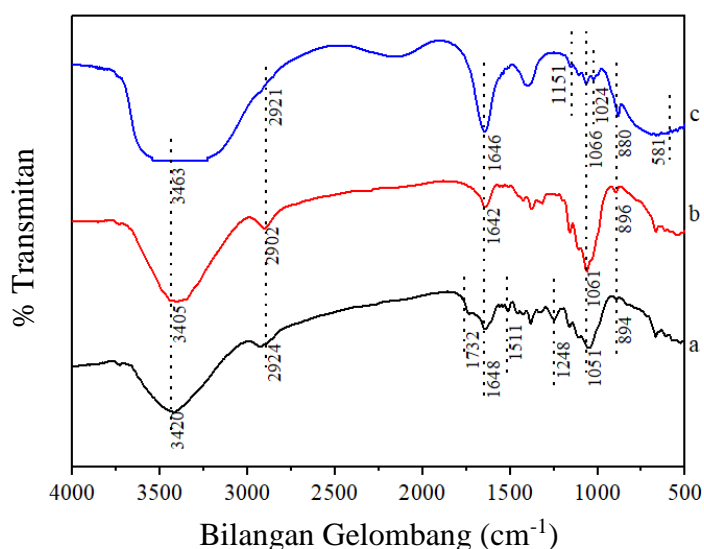


Gambar 4.5 Mekanisme reaksi pembuatan selulosa xantat (Wang *et al.*, 2013)

Berdasarkan mekanisme reaksi pada Gambar 4.5, penambahan NaOH pada ekstrak selulosa bertujuan untuk memecah ikatan antara hidrogen dan oksigen. Gugus  $\text{OH}^-$  pada NaOH menyerang atom H pada OH pada C-2, C-3, dan C-6 selulosa dan berikatan menghasilkan produk samping berupa  $\text{H}_2\text{O}$ . Sehingga atom O pada selulosa bermuatan negatif dan mampu berikatan dengan C dari  $\text{CS}_2$  membentuk selulosa xantat.

### 4.3 Analisis Gugus Fungsi Selulosa dan Selulosa Xantat

Karakterisasi gugus fungsi pada sampel dilakukan dengan menggunakan spektroskopi FTIR. Sampel yang dikarakterisasi meliputi serbuk batang jagung, selulosa hasil ekstraksi, dan selulosa xantat. Hasil karakterisasi pada sampel ditunjukkan pada Gambar 4.6. Komponen utama jagung adalah selulosa, lignin, dan hemiselulosa.



Gambar 4.6 Spektra FTIR (a) Serbuk batang jagung (b) Selulosa hasil ekstraksi, dan (c) Selulosa xantat

Lignin memiliki ciri pada bilangan gelombang  $1500\text{ cm}^{-1}$  -  $1600\text{ cm}^{-1}$  yang mengidentifikasi vibrasi cincin aromatik. Berdasarkan Gambar 4.6(a) menunjukkan bahwa pada batang jagung terdapat lignin yang muncul pada bilangan gelombang  $1511\text{ cm}^{-1}$  ( $\text{C}=\text{C}$  stretching) dan  $1248\text{ cm}^{-1}$ , serta adanya ikatan  $\text{C}=\text{O}$  karakter dari hemiselulosa yang muncul pada bilangan gelombang  $1732\text{ cm}^{-1}$  (Rehman *et al.*, 2013). Spektra pada Gambar 4.6(b) menunjukkan bahwa pada bilangan gelombang  $1248\text{ cm}^{-1}$  mengalami penurunan intensitas yang mengindikasikan bahwa jumlah kandungan lignin pada hasil ekstraksi selulosa telah berkurang, serta puncak pada bilangan gelombang  $1732\text{ cm}^{-1}$  tidak muncul yang mengindikasikan bahwa kandungan hemiselulosa hasil ekstraksi selulosa sudah berkurang.

Tabel 4.1 Data bilangan gelombang ( $\text{cm}^{-1}$ ) spektrum FTIR serbuk batang jagung, selulosa hasil ekstraksi, dan selulosa xantat

Bilangan Gelombang ( $\text{cm}^{-1}$ )			Jenis Modus Vibrasi
Serbuk Batang Jagung	Ekstraksi Selulosa	Xantat	
3420	3405	3463	OH stretching
2924	2902	2921	C-H stretching ( $\text{sp}^3$ )
1732			C=O stretching
1648	1642	1646	OH bending
1511			C=C stretching
1382	1378	1397	C-H bending
1323	1318		$\text{CH}_2$ simetris bending
		1151	S-C-S
1051	1061	1066	C-O-C stretching
		1024	C=S
894	896	880	$\beta$ -glikosidik
668	668	690	O-H bending
		581	C-S

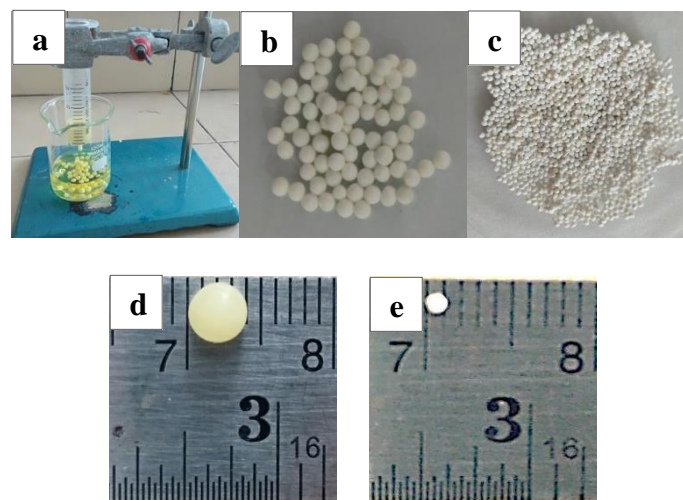
Spektra IR pada Gambar 4.6(c) selulosa xantat muncul puncak baru pada bilangan gelombang  $1151\text{ cm}^{-1}$ ,  $1024\text{ cm}^{-1}$ , dan  $581\text{ cm}^{-1}$  yang mengidentifikasi gugus S-C-S, C=S, dan C-S. Menurut Ai *et al.* (2015) bahwa pada bilangan gelombang  $580\text{ cm}^{-1}$ ,  $1024\text{ cm}^{-1}$ , dan  $1152\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan gugus C-S, C=S, dan S-C-S dimana gugus-gugus tersebut merupakan gugus dari xantat.

#### 4.4 Pembuatan *Beads*

Pembuatan *beads* dilakukan dengan menggunakan teknik *dropping*, yaitu dengan cara meneteskan larutan campuran antara alginat, selulosa xantat,  $\text{TiO}_2$ , dan  $\text{CaCO}_3$  (agen pembentuk pori) ke dalam  $\text{CaCl}_2$  yang ditampilkan pada Gambar 4.7(a). Penambahan fotokatalis  $\text{TiO}_2$  dengan variasi 1, 2, dan 3 gram bertujuan untuk menjadikan *beads* sebagai fotodegradator yang mampu mendegradasi zat warna (metilen biru). *Crosslink*  $\text{CaCl}_2$  berfungsi untuk mengikat silang antara kation diavalen kalsium ( $\text{Ca}^{2+}$ ) dari  $\text{CaCl}_2$  dengan gugus  $-\text{COO}^-$  dari alginat dan membentuk model *egg-box*, sehingga *beads* yang dihasilkan memiliki bentuk yang bulat dan kaku (Sönmez *et al.*, 2016). Setelah proses *dropping*, *beads* didiamkan selama 24 jam di dalam *crosslink* untuk memaksimalkan ikatan kalsium (Ca) dengan alginat, sehingga menghasilkan *beads* yang kaku. Penambahan  $\text{CaCO}_3$  berfungsi untuk membentuk pori pada *beads*. Pori yang terbentuk ditandai dengan adanya gelembung  $\text{CO}_2$  dari hasil reaksi  $\text{CaCO}_3$  dengan HCl yang ditunjukkan pada persamaan reaksi (4.2)



*Beads* yang didapatkan dicuci dengan akuademin dan dihasilkan *beads* basah yang ditunjukkan pada Gambar 4.7(b). Selanjutnya, *beads* basah dikeringkan pada suhu 37°C selama 5 jam dan menghasilkan *beads* kering yang ditampilkan pada Gambar 4.7(c). Proses pengeringan ini bertujuan untuk melepaskan sejumlah air yang ada di dalam *beads*, sehingga dihasilkan *beads* yang lebih berpori (Choi *et al.*, 2002).

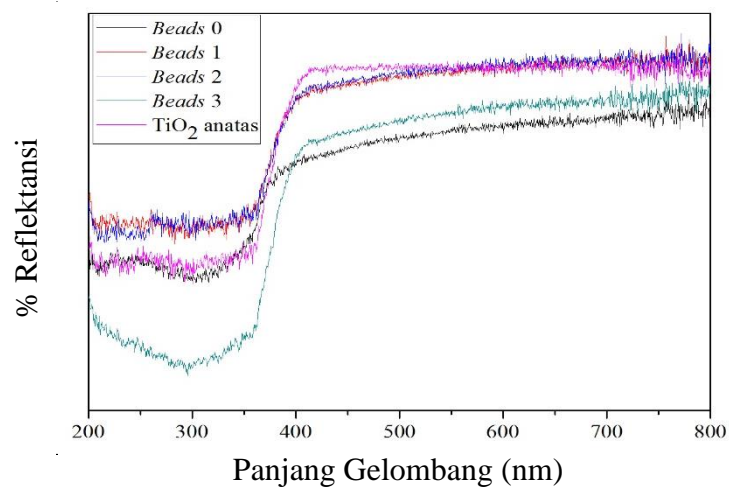


Gambar 4.7 (a) Pembuatan *beads* teknik *dropping*, (b) *Beads* basah, (c) *Beads* kering, (d) Diameter *beads* basah, dan (e) Diameter *beads* kering

Dalam penelitian ini, didapatkan *beads* yang bulat sempurna dan kaku dengan diameter 0,4 mm untuk *beads* basah dan 0,1 mm untuk *beads* kering. *Beads* dengan variasi konsentrasi  $\text{TiO}_2$  0 gram berwarna kecoklatan, sedangkan *beads* dengan penambahan variasi konsentrasi  $\text{TiO}_2$  1, 2, dan 3 gram berwarna putih. Semakin banyak konsentrasi  $\text{TiO}_2$  yang ditambahkan, maka warna *beads* yang dihasilkan akan semakin putih.

#### 4.5 Karakterisasi *Beads* dengan *Diffuse Reflectance Spectroscopy* (DRS)

Karakterisasi menggunakan DRS digunakan untuk mengetahui serapan sinar dan energi celah pita pada *beads*. Hasil dari karakterisasi DRS yaitu hubungan antara panjang gelombang dengan reflektansi yang ditunjukkan pada Gambar 4.8.

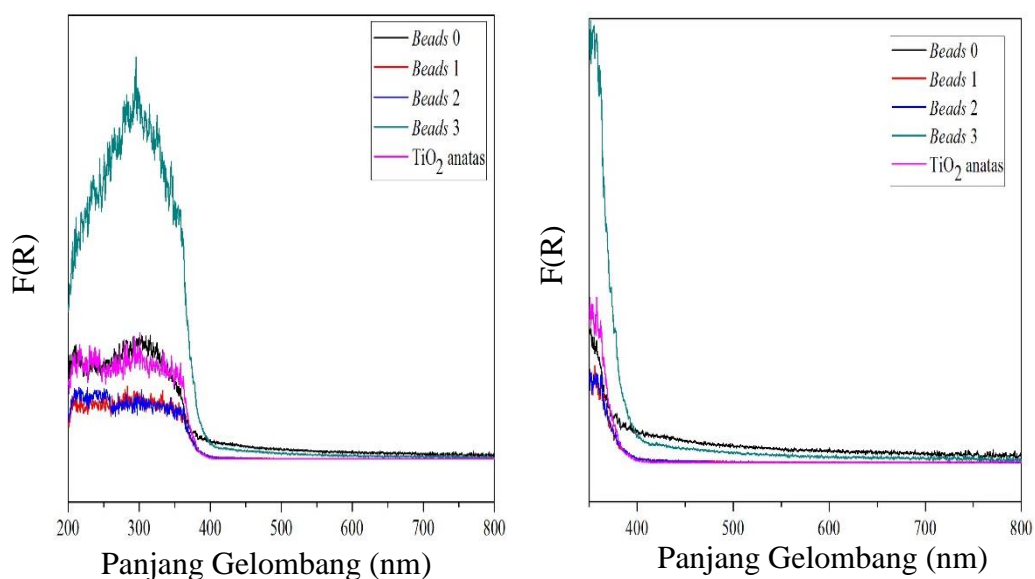


Gambar 4.8 Hasil UV – Vis *Diffuse Reflectance Spectroscopy* (DRS) *beads* antara % reflektansi dengan panjang gelombang

Berdasarkan Gambar 4.8 menunjukkan bahwa pada daerah serapan sinar UV (200 – 400 nm) *beads* yang ditambahkan ke dalam TiO<sub>2</sub> mengalami kenaikan dan penurunan nilai reflektansi. Akan tetapi, *beads* 3 memiliki perbedaan nilai reflektansi yang signifikan dibandingkan dengan yang lainnya, serta nilai reflektansi yang tidak berbeda signifikan pada *beads* 1 dan 2, serta TiO<sub>2</sub> anatase dengan *beads* 0 yang ditunjukkan dengan adanya tumpang tindih pada grafik. *Beads* 3 mengalami penurunan nilai reflektansi yang besar dibandingkan dengan yang lainnya. Hal tersebut menunjukkan bahwa *beads* 3 memiliki kemampuan menyerap cahaya yang besar pada daerah sinar UV. Sehingga, dimungkinkan

*beads* 3 memiliki nilai aktivitas fotodegradasi yang lebih efektif daripada lainnya. Pada daerah sinar tampak (400-800 nm) *beads* yang ditambahkan ke dalam TiO<sub>2</sub> hanya mengalami kenaikan nilai reflektansi dan *beads* 0 yang memiliki nilai reflektansi yang kecil dibandingkan yang lainnya. Hal ini menunjukkan bahwa *beads* 0 memiliki kemampuan menyerap cahaya yang besar pada daerah sinar tampak.

Sifat serapan pada *beads* dapat diketahui dengan menggunakan pendekatan pada teori Kubelka – Munk dari persamaan  $F(R) = (1-R)^2/2R$ . Dimana faktor Kubelka – Munk ( $F(R)$ ) ini sebanding dengan nilai koefisien absorpsi per *scattering* ( $k/s$ ). Hubungan antara faktor Kubelka – Munk dengan panjang gelombang pada *beads* ditunjukkan pada Gambar 4.9.



Gambar 4.9 Hasil UV – Vis *Diffuse Reflectance Spectroscopy* (DRS) *beads* antara Faktor Kubelka - Munk dengan panjang gelombang

Hasil Gambar 4.9 menunjukkan bahwa nilai faktor Kubelka-Munk ( $F(R)$ ) pada sumbu y mewakili koefisien absorpsi sampel. Pada daerah sinar UV

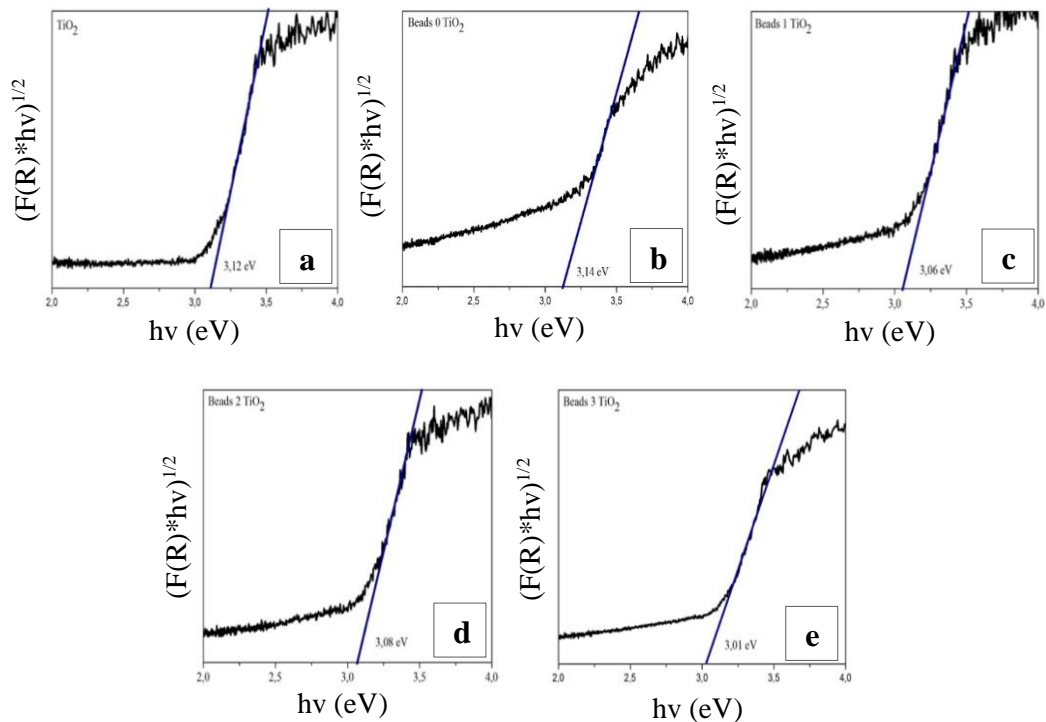
(200-400 nm) ) *beads* yang ditambahkan ke dalam TiO<sub>2</sub> mengalami penurunan dan kenaikan nilai  $F(R)$  dan terdapat perbedaan yang signifikan antara *beads* 3 dengan lainnya, serta sedikit perbedaan pada *beads* 1 dan 2, serta TiO<sub>2</sub> anatase dengan *beads* 0 yang ditandai dengan adanya tumpang tindih pada grafik. Sehingga, pada daerah sinar UV *beads* 3 memiliki kemampuan absorpsi yang lebih besar dibandingkan lainnya. Pada daerah sinar tampak (400 – 800 nm) *beads* yang ditambahkan ke dalam TiO<sub>2</sub> mengalami penurunan nilai  $F(R)$  dan tidak terdapat perubahan yang signifikan pada TiO<sub>2</sub>, *beads* 1 dan 2, sedangkan *beads* 0 dan 3 mengalami perubahan yang signifikan, serta *beads* 0 yang memiliki nilai  $F(R)$  yang lebih besar. Sehingga, pada daerah sinar tampak *beads* 0 memiliki kemampuan absorpsi yang lebih besar dibandingkan lainnya.

Nilai energi celah pita pada *beads* didapatkan dari pemotongan grafik antara sumbu y  $(F(R)*hv)^{1/2}$  dengan sumbu x  $hv$  (eV) yang ditampilkan pada Gambar 4.10 dan nilai energi celah pita *beads* ditunjukkan pada Tabel 4.2.

Tabel 4.2 Nilai energi celah pita dan serapan sinar panjang gelombang *beads*

Sampel	Energi Celah Pita (eV)	Panjang Gelombang (nm)
TiO <sub>2</sub>	3,12	397
<i>Beads</i> 0	3,14	395
<i>Beads</i> 1	3,06	405
<i>Beads</i> 2	3,08	402
<i>Beads</i> 3	3,01	412





Gambar 4.10 Energi celah pita (a)  $\text{TiO}_2$  anatase, (b) *Beads* 0, (c) *Beads* 1 (d) *Beads* 2, dan (e) *Beads* 3

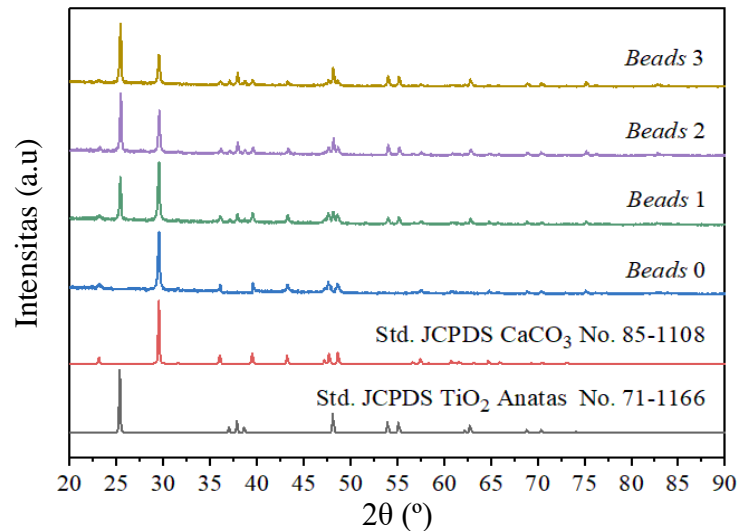
Gambar 4.10 menunjukkan bahwa *beads* yang ditambahkan ke dalam  $\text{TiO}_2$  memiliki nilai energi celah pita yang kecil dibandingkan dengan *beads* tanpa  $\text{TiO}_2$  karena menurut Berli *et al.* (2017) penurunan energi celah pita dikarenakan adanya pembentukan tingkat energi baru antara pita valensi dan pita konduksi pada *beads* yang diakibatkan oleh adanya  $\text{TiO}_2$ . Energi celah pita *beads* 1, 2, dan 3 lebih kecil dari  $\text{TiO}_2$  anatase (3,12 eV) sedangkan *beads* 0 memiliki nilai energi celah pita yang lebih besar dibandingkan  $\text{TiO}_2$  anatase, serta yang memiliki energi celah pita terkecil adalah *beads* 3. Energi celah pita yang semakin kecil maka akan mempermudah elektron untuk bereksitasi dari pita valensi ke pita konduksi. Eksitasi elektron menghasilkan *hole* yang bermuatan positif di pita valensi yang memiliki sifat pengoksidasi yang kuat. *Hole* tersebut akan memecah air dan membentuk radikal hidroksil ( $\bullet\text{OH}$ ) yang kemudian bereaksi dengan molekul

organik. Sehingga, *hole* tersebut mampu mengoksidasi dan mendegradasi polutan organik yang beracun menjadi senyawa yang lebih aman.

Berdasarkan nilai energi celah dapat ditentukan pula nilai panjang gelombang dari *beads* yang ditunjukkan pada Tabel 4.2 dan Lampiran 7. Hasil perhitungan yang didapatkan, *beads* 3 memiliki panjang gelombang terbesar yaitu 412 nm (daerah sinar tampak). Sehingga, dari hasil UV – DRS dapat diketahui bahwa fotokatalis TiO<sub>2</sub> yang ditambahkan *beads* mampu menggeser panjang gelombang dari daerah sinar UV ke daerah sinar tampak, meskipun pergeseran yang terjadi sangat sedikit karena fotokatalis TiO<sub>2</sub> tidak mampu menutupi permukaan *beads*. Sehingga, dengan adanya pengemban pada TiO<sub>2</sub> mengakibatkan aktivitas fotodegradasi pada *beads* meningkat (Nagaoka *et al.*, 2005).

#### 4.6 Karakterisasi *Beads* dengan XRD

Analisis menggunakan XRD digunakan untuk mengetahui kristalinitas dari *beads*. Karakteristik kristal dapat dilihat dari posisi, lebar, nilai ketinggian puncak, dan ukuran kristal. Pengukuran XRD dilakukan dengan sumber radiasi monokromator Cu K $\alpha$  ( $\lambda = 1,54060 \text{ \AA}$ ). Hasil karakterisasi selanjutnya diolah menggunakan rumus Debye Scherrer. Pola dari difraksi sinar X pada *beads* ditunjukkan pada Gambar 4.11. Data yang diperoleh dibandingkan dengan data standar TiO<sub>2</sub> fasa anatase (JCPDS no. 71-1166).



Gambar 4.11 Pola difraksi *beads*

Berdasarkan Gambar 4.11 diketahui bahwa masing-masing difraktogram dari *beads* 0, *beads* 1, *beads* 2, dan *beads* 3 yang dihasilkan memiliki puncak khas dengan intensitas tertinggi pada  $2\theta = 29,5^\circ$  yang sesuai dengan standar  $\text{CaCO}_3$  (JCPDS no. 85-1108) pada  $2\theta = 29,5^\circ$ ,  $48,3^\circ$  dan  $39,4^\circ$ .  $\text{CaCO}_3$  ini berasal dari agen pembentuk pori yang ditambahkan pada saat pembuatan *beads*. Ketika *beads* ditambahkan ke dalam  $\text{TiO}_2$  (*beads* 1, *beads* 2, dan *beads* 3) maka muncul puncak baru dengan puncak khas intensitas tertinggi pada  $2\theta = 25^\circ$  yang sesuai dengan standar  $\text{TiO}_2$  anatase (JCPDS no. 71-1166) yaitu pada  $2\theta = 25,281^\circ$ ;  $36,9469^\circ$ ;  $37,801^\circ$ ;  $55,061^\circ$ ; dan  $70,310^\circ$ . Puncak-puncak pada *beads* juga bersesuaian dengan hasil penelitian yang dilakukan oleh Dalponte *et al.* (2019) yang menunjukkan bahwa  $\text{TiO}_2$  anatase memiliki puncak pada  $2\theta = 25,42^\circ$ ;  $27,81^\circ$ ;  $36,28^\circ$ ;  $37,97^\circ$ ;  $41,42^\circ$ ;  $48,21^\circ$ ;  $53,97^\circ$ , dan  $55,35^\circ$ . Sehingga, dari hasil pola difraksi sinar X telah diketahui bahwa  $\text{TiO}_2$  yang berada di dalam *beads* memiliki fasa anatase dan dapat dipastikan bahwa fotokatalis  $\text{TiO}_2$  sangat stabil dan dapat digunakan sebagai fotokatalis yang efisien (Thomas *et al.*, 2016). Pada Gambar

4.11 juga menunjukkan bahwa semakin banyak  $\text{TiO}_2$  yang ditambahkan maka semakin tinggi pula puncak khas  $\text{TiO}_2$  yang terbentuk dan terlihat juga bahwa semakin tinggi puncak khas  $\text{TiO}_2$  maka semakin rendah puncak khas  $\text{CaCO}_3$ . Sehingga, dapat diasumsikan bahwa semakin banyak  $\text{TiO}_2$  yang ditambahkan maka semakin rendah kandungan  $\text{CaCO}_3$  di dalam *beads* yang dikarenakan oleh proses pencucian  $\text{CaCO}_3$ .

Ketiga *beads* tersebut memiliki puncak yang tajam dengan intensitas yang tinggi dan luas puncak sempit yang mengidentifikasikan bahwa *beads* tersebut adalah kristalin. Akan tetapi, *beads* 3 memiliki puncak dengan intensitas yang lebih tinggi dan sedikit lebih lebar dibandingkan dengan *beads* 1 dan 2, sehingga ini menunjukkan bahwa *beads* 3 lebih kristalin dibandingkan dengan *beads* 1 dan *beads* 2.

Salah satu kinerja fotokatalis  $\text{TiO}_2$  dipengaruhi oleh ukuran kristal. Dimana semakin kecil ukuran kristal maka luas permukaan kristal akan semakin besar, sehingga dapat meningkatkan aktivitas fotodegradasi. Ukuran kristal dari semua sampel dapat diperoleh berdasarkan perhitungan menggunakan persamaan Debye Scherrer pada Lampiran 5. Hasil perhitungan disajikan dalam Tabel 4.3.

Tabel 4.3 Ukuran kristal sampel

Sampel	$2\theta$ (.)	Ukuran Kristal (nm)
$\text{TiO}_2$ anatas	25,388	53,63
<i>Beads</i> 1	25,358	48,83
<i>Beads</i> 2	25,402	51,68
<i>Beads</i> 3	25,399	42,94

Berdasarkan Tabel 4.3 menunjukkan bahwa ukuran kristal  $\text{TiO}_2$  mengalami perubahan ketika  $\text{TiO}_2$  ditambahkan dengan *beads* yang ditandai

dengan semakin kecil ukuran kristalnya dari 53,63 nm menjadi 48,83; 51,68; dan 42,94 nm. Ukuran kristal terkecil terdapat pada *beads* 3, yaitu 42,94 nm. Pengurangan ukuran kristal pada TiO<sub>2</sub> diduga karena *beads* yang ditambahkan mampu menghambat pertumbuhan kristal dengan berada pada batas kristal (Andani dan Puryanti, 2015). Perubahan ukuran kristal yang semakin kecil (nano) juga dapat meningkatkan aktivitas fotodegradasi karena Naimah dan Ermawati, (2011) menyebutkan bahwa fotokatalis yang berukuran nano (1-100 nm) akan memberikan aktivitas fotodegradasi yang lebih efektif dan dengan ukuran yang lebih kecil dapat menjadikan penyebaran partikel semakin rata.

TiO<sub>2</sub> memiliki ukuran kristal yang besar ketika sebelum ditambahkan *beads*. Hal ini diasumsikan bahwa pada TiO<sub>2</sub> terjadi aglomerasi (penggumpalan). Dimana semakin banyak partikel yang mengalami aglomerasi maka ukuran kristal akan semakin besar pula (Rosanti *et al.*, 2020). Dengan adanya aglomerasi tersebut, maka TiO<sub>2</sub> memiliki luas permukaan yang kecil dikarenakan partikel TiO<sub>2</sub> mengalami penggabungan antar partikel satu dengan yang lainnya, sehingga membentuk ukuran partikel yang lebih besar dan ukuran partikel yang besar dapat menyebabkan aktivitas fotodegradasi yang rendah (Supriyanto *et al.*, 2014). Oleh karena itu, diperlukan material pendukung (*beads*) untuk memperluas permukaan TiO<sub>2</sub>, setelah TiO<sub>2</sub> ditambahkan dengan *beads*, maka TiO<sub>2</sub> akan lebih tertarik ke permukaan alginat. Sehingga, tidak mengalami aglomerasi dan tersebar rata ke dalam alginat. Dengan demikian, ukuran kristal akan semakin kecil. Seperti penelitian yang dilakukan oleh Dalponte *et al.* (2019) menunjukkan bahwa TiO<sub>2</sub> yang ditambahkan ke *beads* alginat memiliki aktivitas fotodegradasi TiO<sub>2</sub> yang

tinggi ditandai dengan mudahnya  $\text{TiO}_2$  mengalami dispersi dan mengisi pori-pori di permukaan *beads* alginat.

#### 4.7 Uji Aktivitas Fotodegradasi *Beads* Menggunakan Metilen Biru

Uji fotodegradasi pada *beads* dalam mendegradasi metilen biru dilakukan dengan menggunakan sinar UV *blacklight* selama 240 menit (60 menit kondisi gelap dan 180 menit pada kondisi terang) dan dilanjutkan dengan analisa menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 665 nm. Dimana pengukuran panjang gelombang maksimum disajikan pada Lampiran 7.1. Zat warna metilen biru yang digunakan adalah 10 ppm dan pada kondisi pH 7,2. Hasil fotodegradasi *beads* pada metilen biru ditampilkan pada Tabel 4.4. Uji aktivitas fotokatalis dipengaruhi oleh beberapa faktor, diantaranya energi celah pita, ukuran partikel dan kristal, luas permukaan material, serta morfologi (Alvaro *et al.*, 2006).

Tabel 4.4 Hasil uji fotodegradasi *beads* terhadap metilen biru

Sampel	Energi Celah Pita (eV)	Waktu Degradasi (Menit)	Kondisi	Penurunan Konsentrasi Metilen Biru (%)
<i>Beads</i> 0	3,14	60	Gelap	53,68
		180	Terang	66,28
<i>Beads</i> 1	3,06	60	Gelap	54,94
		180	Terang	74,81
<i>Beads</i> 2	3,08	60	Gelap	51,26
		180	Terang	72,19
<i>Beads</i> 3	3,01	60	Gelap	56,10
		180	Terang	78,97

Berdasarkan Tabel 4.4 menunjukkan bahwa ketika *beads* ditambahkan ke dalam  $\text{TiO}_2$  maka akan mengalami kenaikan persen degradasi metilen biru yang

dipengaruhi oleh adanya penurunan energi celah pita pada *beads*. Menurut Berli *et al.* (2017) adanya penurunan energi celah pita dikarenakan ada pembentukan tingkat energi baru antara pita valensi dan pita konduksi pada *beads* yang diakibatkan oleh adanya  $\text{TiO}_2$ . Sehingga, jarak antara pita valensi dan pita konduksi semakin kecil serta dapat mempermudah elektron untuk bereksitasi dari pita valensi ke pita konduksi dan persen degradasi mengalami peningkatan.

Tabel 4.4 juga menunjukkan bahwa *beads* 3 memiliki nilai persentase penurunan konsentrasi metilen biru tertinggi dibandingkan dengan yang lainnya baik dengan penyinaran maupun tanpa penyinaran. Pada kondisi gelap *beads* memiliki nilai persentase penurunan konsentrasi metilen biru yang lebih kecil dibandingkan dengan kondisi terang, karena pada kondisi gelap tidak ada energi yang berupa foton dari lampu UV yang mengenai *beads* dan  $\text{TiO}_2$  di dalam *beads* tidak memiliki energi untuk mendegradasi metilen biru. Sehingga, dapat diasumsikan bahwa pada kondisi gelap *beads* memiliki kemampuan untuk menyerap metilen biru, karena menurut penelitian yang dilakukan Qazim (2019) menjelaskan bahwa *beads* alginat-selulosa mampu bertindak sebagai adsorben untuk menurunkan konsentrasi metilen biru dan memiliki kapasitas adsorpsi tertinggi pada waktu perendaman 408 jam. Sedangkan, pada kondisi terang dengan penyinaran sinar UV *beads* memiliki nilai persentase penurunan konsentrasi metilen biru yang lebih tinggi. Hal tersebut menunjukkan bahwa terjadi suatu reaksi yang berasal dari fotokatalis  $\text{TiO}_2$ . Pada saat fotokatalis  $\text{TiO}_2$  disinari dengan sinar UV, maka ada energi foton dari sinar UV yang mengenai  $\text{TiO}_2$  dan menghasilkan *hole* dan elektron. Dimana *hole* akan bereaksi dengan

H<sub>2</sub>O dan membentuk radikal hidroksil ( $\bullet$ OH) yang memiliki kemampuan untuk mendegradasi zat warna (Wardhani *et al.*, 2016).

Pada penelitian ini, ditampilkan data ukuran kristal dan energi celah pita untuk mendukung penjelasan hasil fotodegradasi *beads*. Berdasarkan data energi celah pita pada Tabel 4.2, *beads* 3 memiliki nilai energi celah pita yang paling kecil (3,01 eV), serta pada Gambar 4.8 menunjukkan bahwa *beads* 3 memiliki nilai reflektansi yang rendah dibandingkan dengan *beads* 1 dan 2 pada daerah sinar UV dan sinar tampak. Nilai reflektansi yang rendah ini menunjukkan besarnya kemampuan absorpsi *beads* untuk mendegradasi metilen biru. Selain itu, *beads* 3 memiliki sifat kristalinitas yang baik dan ukuran kristal yang kecil (42,94 nm) dibandingkan *beads* 1 dan 2. Menurut Nagaveni *et al.* (2004) aktivitas fotokatalis dari suatu material dinyatakan baik apabila memiliki sifat kristalinitas yang baik dan celah pita yang rendah, serta menurut Gupta *et al.* (2017) mendefinisikan bahwa kristalinitas yang tinggi dan ukuran partikel yang kecil dari suatu material memainkan peran aktif untuk mencapai laju degradasi yang lebih baik.

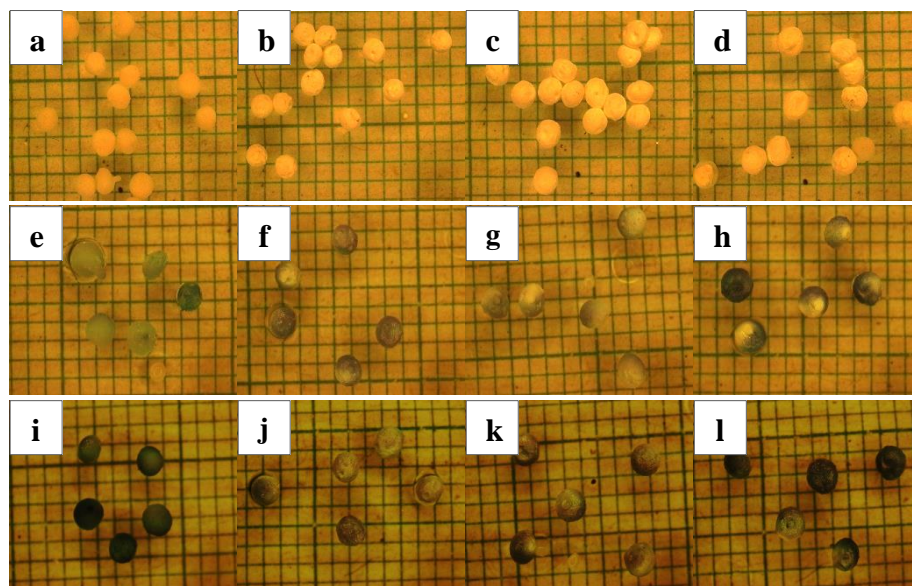
#### **4.8 Karakterisasi *Beads* dengan Mikroskop Optik**

Karakterisasi menggunakan mikroskop optik bertujuan untuk mengetahui diameter pada *beads*. Pengukuran diameter *beads* dilakukan dengan menggunakan *software* ImageJ yang ditampilkan pada Gambar 4.13 dan data diameter *beads* disajikan pada tabel 4.5

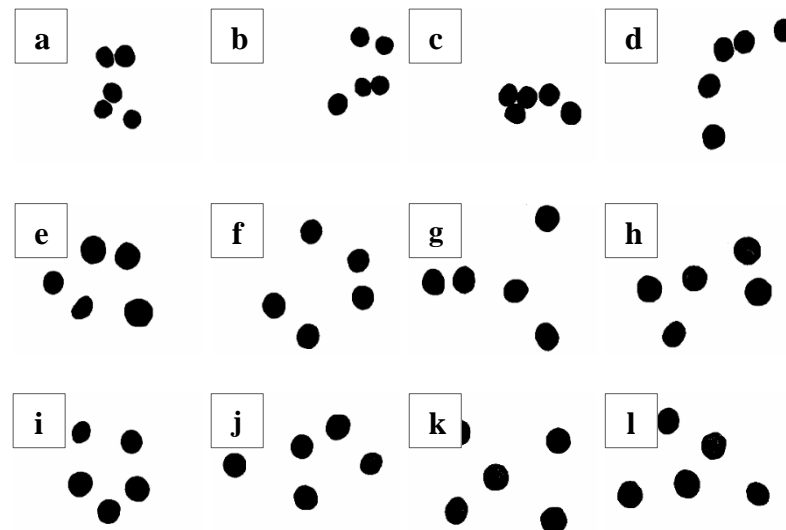


Tabel 4.5 Data diameter *beads*

Sampel	Diameter <i>Beads</i> (mm)		
	Sebelum Uji Fotodegradasi	Kondisi Uji Fotodegradasi	
		Gelap	Terang
<i>Beads</i> 0	0,128	0,145	0,138
<i>Beads</i> 1	0,126	0,137	0,138
<i>Beads</i> 2	0,129	0,141	0,141
<i>Beads</i> 3	0,137	0,143	0,145



Gambar 4.12 Hasil karakterisasi mikroskop optik dengan perbesaran 1x10 kali pada (a) *beads* 0, (b) *beads* 1, (c) *beads* 2 dan (d) *beads* 3 sebelum proses fotodegradasi, (e) *beads* 0, (f) *beads* 1, (g) *beads* 2 dan (h) *beads* 3 pada proses fotodegradasi kondisi gelap, (i) *beads* 0, (j) *beads* 1, (k) *beads* 2 dan (l) *beads* 3 pada proses fotodegradasi kondisi terang

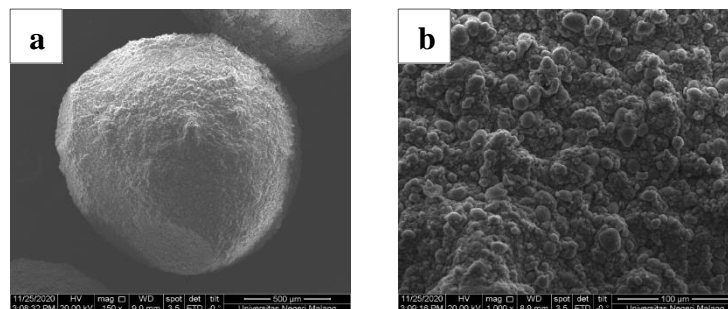


Gambar 4.13 Analisis gambar menggunakan Image-J pada (a) *beads* 0, (b) *beads* 1, (c) *beads* 2 dan (d) *beads* 3 sebelum proses fotodegradasi, (e) *beads* 0, (f) *beads* 1, (g) *beads* 2 dan (h) *beads* 3 pada proses fotodegradasi kondisi gelap, (i) *beads* 0, (j) *beads* 1, (k) *beads* 2 dan (l) *beads* 3 pada proses fotodegradasi kondisi terang

Berdasarkan Gambar 4.12 diketahui bahwa *beads* mampu menyerap dan mendegradasi metilen biru yang terlihat dari berubahnya warna *beads* dari putih menjadi biru ketika proses fotodegradasi dalam kondisi gelap maupun terang. Berdasarkan data pada Tabel 4.5 juga terlihat bahwa semakin lama proses fotodegradasi maka akan semakin besar pula diameter *beads* yang dikarenakan zat warna metilen biru masuk ke dalam *beads*.

#### 4.9 Karakterisasi *Beads* dengan SEM – EDX

Karakterisasi menggunakan *scanning electron microscope* SEM bertujuan untuk mengetahui karakteristik permukaan dari *beads*. Gambar hasil SEM ditunjukkan pada Gambar 4.14.



Gambar 4.14 Hasil karakterisasi SEM *beads 3* (a) Perbesaran 150x dan (b) Perbesaran 1000x

Dari Gambar 4.14 diketahui bahwa *beads 3* memiliki bentuk bulat dan permukaannya yang kasar. Bentuk bulat pada *beads* ini dihasilkan dari ikatan silang antara alginat dengan kation divalen ( $\text{Ca}^{2+}$ ) dari *crosslink*  $\text{CaCl}_2$ , serta *beads 3* memiliki range diameter partikel pada permukaan 0,4303-3,3352  $\mu\text{m}$ .

Tabel 4.6 Persen berat masing-masing unsur dari *beads 3*

Sampel	Berat Masing – Masing Unsur (%)				
	C	O	Ca	Ti	S
<i>Beads 3</i>	7,09	53,89	21,90	13,43	2,08

Berdasarkan hasil EDX didapatkan unsur Ti pada *beads 3* yang berasal dari fotokatalis  $\text{TiO}_2$ , unsur C dari selulosa xantat, alginat, dan  $\text{CaCO}_3$ , unsur O dari selulosa xantat, alginat,  $\text{TiO}_2$ , dan  $\text{CaCO}_3$ , unsur S dari selulosa xantat, dan unsur Ca berasal dari porogen  $\text{CaCO}_3$  dan agen *crosslink*  $\text{CaCl}_2$ . Unsur S yang terkandung di dalam *beads 3* sangat sedikit, karena pada saat proses pembuatan selulosa xantat penambahan unsur S dari  $\text{CS}_2$  hanya sebanyak 2,5 mL dan unsur C yang terkandung dalam *beads 3* juga sedikit. Hal tersebut dikarenakan pada saat proses pencucian porogen, kemungkinan unsur C lepas dengan membentuk gelembung  $\text{CO}_2$ .

#### 4.10 Hasil Penelitian dalam Perspektif Islam

Penelitian dengan judul “Pembuatan *Beads* Selulosa Xantat Sebagai Material Pendukung TiO<sub>2</sub> Menggunakan *Crosslink* CaCl<sub>2</sub>” merupakan salah satu bentuk upaya untuk memanfaatkan limbah batang jagung sebagai salah satu bahan dalam pembuatan *beads* yang dapat mencemari lingkungan apabila dibiarkan begitu saja. Pencemaran lingkungan dalam bentuk apapun tentunya dapat merugikan manusia dan makhluk hidup lainnya. Sebagaimana Allah Swt. berfirman dalam QS. Ar-Ruum (30) ayat 41.

ظَهَرَ الْفَسَادُ فِي الْبَرِّ وَالْبَحْرِ بِمَا كَسَبَتْ أَيْدِي النَّاسِ لِيُذِيقَهُمْ بَعْضَ الَّذِي عَمِلُوا لَعَلَّهُمْ يَرْجِعُونَ

Artinya: “Telah nampak kerusakan di darat dan di laut disebabkan karena perbuatan tangan manusia, supaya Allah merasakan kepada mereka sebagian dari (akibat) perbuatan mereka, agar mereka kembali (ke jalan yang benar).”

Ayat di atas menyatakan bahwa manusia telah membuat kerusakan yang ada di bumi, baik yang di darat maupun di laut. Menurut Shihab (2000) lafaz (الْفَسَادُ) menjelaskan bahwa kerusakan yang terjadi ini adalah hasil dari perbuatan manusia yang secara sengaja berusaha untuk mengubah ciptaan Allah Swt. pada lingkungan yang telah diciptakan secara sempurna dan seimbang. Salah satu perbuatan manusia yang termasuk dalam kategori *al-fasad* yaitu kurangnya memanfaatkan batang jagung dan membiarkannya menjadi limbah. Oleh karena itu, sebagai manusia yang memiliki akal dan pikiran, maka seyogyanya untuk berpikir dan mencari solusi tentang fenomena alam yang menyimpang dari aturan Al-Qur'an ini (limbah batang jagung). Salah satu solusi untuk meminimalisir

limbah batang jagung yaitu dengan dijadikannya sebagai bahan baku untuk pembuatan *beads* sebagai fotodegradator dengan penambahan  $\text{TiO}_2$ .

Penambahan variasi konsentrasi  $\text{TiO}_2$  pada pembuatan *beads* dibuat bermacam-macam dengan tujuan untuk mendapatkan komposisi yang terbaik agar *beads* yang dihasilkan mampu menjadi fotodegradator yang baik pula. Konsentrasi  $\text{TiO}_2$  yang ditambahkan juga akan mempengaruhi hasil yang diperoleh dari segi uji fotodegradasinya. Allah berfirman dalam QS. Al-Furqon (25) ayat 2.

وَحَلَقَ كُلَّ شَيْءٍ فَقَدَرُهُ تَقْدِيرًا

Artinya: “Dan Dia menciptakan segala sesuatu, lalu Dia menetapkan ukuran-ukurannya dengan tepat”.

Menurut Abdullah (2004) Allah telah menciptakan segala sesuatu di bawah kekuasaan-Nya yang sesuai dengan aturan, tatanan, dan takdir-Nya dengan serapi-rapinya secara tepat dan sempurna dengan tujuan agar manusia dapat memahami hasil penciptaan-Nya. Sedangkan menurut Shihab (2000) Allah menciptakan segala sesuatu di bumi ini dengan memberikan ukuran dan aturan yang cermat, serta dapat menjamin keberlangsungan tugas masing-masing secara teratur dan berjalan menurut hukum dan aturan yang bersifat konstan dan teliti. Begitu juga dalam pembuatan *beads* pada penelitian ini dibutuhkan komposisi (alginat, selulosa xantat,  $\text{CaCO}_3$ , dan  $\text{CaCl}_2$ ) serta variasi konsentrasi  $\text{TiO}_2$  yang tepat dan sesuai dengan ukurannya guna untuk mendapatkan *beads* yang memiliki nilai fotodegradasi terbaik.

## BAB V

### PENUTUP

#### 5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang dipaparkan pada pembahasan maka dapat disimpulkan sebagai berikut:

1. *Beads* yang ditambahkan ke dalam TiO<sub>2</sub> memiliki energi celah pita yang lebih kecil dan panjang gelombang yang lebih besar dibandingkan tanpa TiO<sub>2</sub>. Nilai energi celah pita dan panjang gelombang sebesar 3,14 eV dan 395 nm untuk *beads* 0, 3,06 eV dan 405 nm untuk *beads* 1, 3,08 eV dan 402 nm untuk *beads* 2, 3,01 eV dan 412 nm untuk *beads* 3. Hasil XRD menunjukkan *beads* memiliki puncak khas CaCO<sub>3</sub> dan pada *beads* 1, 2 dan 3 muncul puncak baru dari TiO<sub>2</sub> anatas dan memiliki ukuran kristal TiO<sub>2</sub> berturut-turut 48,83; 51,68; dan 42,94 nm. Kemampuan mendegradasi metilen biru pada *beads* mengalami kenaikan ketika ditambahkan TiO<sub>2</sub> dengan kemampuan degradasi sebesar 53,68 % untuk *beads* 0, 54,94 % untuk *beads* 1, 51,26 % untuk *beads* 2, dan 56,10 % untuk *beads* 3 pada kondisi tanpa lampu UV dan pada kondisi dengan lampu UV mendegradasi metilen biru sebesar 66,28 % untuk *beads* 0, 74,81 % untuk *beads* 1, 72,19 % untuk *beads* 2, dan 78,97 % untuk *beads* 3.
2. Konsentrasi TiO<sub>2</sub> terbaik dimiliki oleh *beads* 3 (3 gram TiO<sub>2</sub>) yang mampu mendegradasi metilen biru sebesar 56,10 % dalam kondisi tanpa lampu UV dan 78,97 % dalam kondisi dengan lampu UV.
3. Karakterisasi *beads* 3 berdasarkan analisis SEM – EDX memiliki bentuk karakteristik permukaan yang kasar.

## 5.2 Saran

Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut untuk metode pencucian porogen dalam proses pembentukan pori *beads* dikarenakan dari hasil XRD masih terdapat puncak khas dari porogen  $\text{CaCO}_3$ . Proses pencucian porogen dapat dilakukan menggunakan air deionisasi untuk menghilangkan  $\text{CaCl}_2$  hasil reaksi  $\text{CaCO}_3$  dengan  $\text{HCl}$  yang tidak terikat di permukaan *beads* dan pada proses perendaman *beads* di dalam  $\text{CaCl}_2$  dilakukan dengan sembari diaduk secara perlahan untuk memungkinkan pembentukan gas secara sempurna.

## DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, M., 2004. *Tafsir Ibnu Katsir, 1 ed.* Bogor: Pustaka Imam Asy-Syafi'i.
- Agüero, L., Zaldivar-Silva, D., Peña, L., dan Dias, M.L., 2017. Alginate microparticles as oral colon drug delivery device: A review. *Carbohydrate Polymers*. 168, 32–43.
- Ahmad, Z., Rozaizan, N., Rozyanty, A.R., Mohamad, A., dan Nawawi, W.I., 2016. Isolation and Characterization of Microcrystalline Cellulose (MCC) from Rice Husk (RH). *MATEC Web of Conferences* 47, 05013.
- Ai, T., Jiang, X., Yu, H., Xu, H., Pan, D., Liu, Q., Chen, D., dan Li, J., 2015. Equilibrium, kinetic and mechanism studies on the biosorption of  $\text{Cu}^{2+}$  and  $\text{Ni}^{2+}$  by sulfur-modified bamboo powder. *Korean Journal Chemical Engineering*. 32, 342–349.
- Alvaro, M., Aprile, C., Benitez, M., Carbonell, E., dan García, H., 2006. Photocatalytic Activity of Structured Mesoporous  $\text{TiO}_2$  Materials. *Journal Physical Chemistry*. B 110, 6661–6665.
- Ana, D., 2016. Pemanfaatan Limbah Hasil Panen Jagung Untuk Pembuatan Energi Alternatif yang Ramah Lingkungan. *Seminar Nasional Inovasi dan Aplikasi Teknologi di Industri (Seniati)*.
- Andani, D., dan Puryanti, D., 2015. Pengaruh PEG-2000 Terhadap Ukuran Partikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  Yang Disintesis Dengan Metode Kopresipitasi. *Jurnal Fisika Unand* 4.
- Azizah, N.W., Hidayah, C.N., Latifah, A.F., Yulianti, E., dan Khoiroh, L.M., 2018. Synthesis and Characterization of Alginate-Cellulose Xanthate Beads from Corn Stalk with Porogen Variation. Di dalam: *The 9<sup>th</sup> International Conference on Green Technology 2018*; Malang 17 Oktober 2018. Malang: Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Bajpai, S.K., dan Sharma, S., 2004. Investigation of swelling/degradation behaviour of alginate beads crosslinked with  $\text{Ca}^{2+}$  and  $\text{Ba}^{2+}$  ions. *React. Functional Polymers*. 59, 129–140.
- Berli, A., Dahlan, D., Ali Umar, A., 2017. Pengaruh Lama Penumbuhan Titanium Dioksida Didoping Copper Terhadap Energi Gap. *JIF (Jurnal Ilmu Fisika)* 8, 60–63.



- Bhattacharya, D., Germinario, L.T., dan Winter, W.T., 2008. Isolation, preparation and characterization of cellulose microfibrils obtained from bagasse. *Carbohydrate Polymers*. 73, 371–377.
- Boufi, S., dan Chaker, A., 2016. Easy production of cellulose nanofibrils from corn stalk by a conventional high speed blender. *Industrial Crops and Products*. 93, 39–47.
- Braccini, I., dan Pérez, S., 2001. Molecular Basis of  $\text{Ca}^{2+}$ -Induced Gelation in Alginates and Pectins: The Egg-Box Model Revisited. *Biomacromolecules* 2, 1089–1096.
- Choi, B.Y., Park, H.J., Hwang, S.J., dan Park, J.B., 2002. Preparation of alginate beads for floating drug delivery system: effects of  $\text{CO}_2$  gas-forming agents. *International Journal of Pharmaceutics*. 239, 81–91.
- Dalponete, I., de Sousa, B.C., Mathias, A.L., dan Jorge, R.M.M., 2019. Formulation and optimization of a novel  $\text{TiO}_2$ /calcium alginate floating photocatalyst. *International Journal of Biological Macromolecules*. 137, 992–1001.
- Dewangan, T., Tiwari, A., dan Bajpai, A.K., 2011. Removal of Chromium(VI) Ions by Adsorption onto Binary Biopolymeric Beads of Sodium Alginate and Carboxymethyl Cellulose. *Journal of Dispersion Science and Technology*. 32, 1075–1082.
- Gericke, M., Trygg, J., dan Fardim, P., 2013. Functional Cellulose Beads: Preparation, Characterization, and Applications. *Chemical Reviews*. 113, 4812–4836.
- Gupta, V.K., Saravanan, R., Agarwal, S., Gracia, F., Khan, M.M., Qin, J., dan Mangalaraja, R.V., 2017. Degradation of azo dyes under different wavelengths of UV light with chitosan- $\text{SnO}_2$  nanocomposites. *Journal of Molecular Liquids*. 232, 423–430.
- Haroen, W.K., dan Wistara, N., 2008. Rayon Filament Properties From Five Lesser Known Tropical Woods Species. *Jurnal Teknik Industri Pertanian* 18(2), 94–98, 5.
- Heuser, E., 1943. *The Chemistry of Cellulose*. London: John Wiley & Song, Inc.
- Ibrahim, S.M., Abou El Fadl, F.I., dan El-Naggar, A.A., 2014. Preparation and characterization of crosslinked alginate–CMC beads for controlled release of nitrate salt. *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry*. 299, 1531–1537.

- Kanki, T., Yoneda, H., Sano, N., Toyoda, A., dan Nagai, C., 2004. Photocatalytic reduction and deposition of metallic ions in aqueous phase. *Chemical Engineering Journal*. 97, 77–81.
- Kittel, C., 2005. *Introduction to solid state physics, 8th ed. ed.* NJ: Wiley, Hoboken.
- Klemm, D., Philipp, B., Heinze, T., Heinze, U., dan Wagenknecht, W., 1998. *Comprehensive Cellulose Chemistry*. New York: Wiley-VCH.
- Kusuktham, B., Prasertgul, J., dan Srinun, P., 2014. Morphology and Property of Calcium Silicate Encapsulated with Alginate Beads. *Silicon* 6, 191–197.
- Lavanya, D., Kulkarni, P.K., Dixit, M., Raavi, P.K., dan Krishna, L.N.V., 2011. Sources Of Cellulose and Their Applications - A Review 2, 21.
- Lee, H.V., Hamid, S.B.A., dan Zain, S.K., 2014. Conversion of Lignocellulosic Biomass to Nanocellulose: Structure and Chemical Process. *The Scientific World Journal*. 2014, 1–20.
- Lee, K.Y., dan Mooney, D.J., 2012. Alginate: Properties and biomedical applications. *Progress in Polymer Science*. 37, 106–126.
- Liu, L., Zhang, S., Yang, X., dan Ju, M.T., 2017. Cellulose Isolation from Corn Stalk Treated by Alkaline Biochars in Solvent Systems. *BioResources* 13, 691–703.
- Mallakpour, S., Behranvand, V., dan Mallakpour, F., 2019. Synthesis of alginate/carbon nanotube/carbon dot/fluoroapatite/TiO<sub>2</sub> beads for dye photocatalytic degradation under ultraviolet light. *Carbohydrate Polymers*. 224, 115138.
- Matthew, dan Hennek. 2007. *Nitrogen-Doped Titanium Dioxide: An Overview of Functional and Introduction to Applications*.
- McKeen, L.W., 2017. *Environmentally Friendly Polymers, in: Permeability Properties of Plastics and Elastomers*. Elsevier, pp. 305–323.
- Munnik, P., de Jongh, P.E., dan de Jong, K.P., 2015. Recent Developments in the Synthesis of Supported Catalysts. *Chemical Reviews*. 115, 6687–6718.
- Nagaoka, S., Arinaga, K., Kubo, H., Hamaoka, S., Sakurai, T., Takafuji, M., dan Ihara, H., 2005. Cellulose/TiO<sub>2</sub> Hybrid Spherical Microbeads Prepared by a Viscose Phase Separation Method: Control of the Distribution of TiO<sub>2</sub> Particles in a Sphering System. *Polymer Journal*. 37, 186–191.

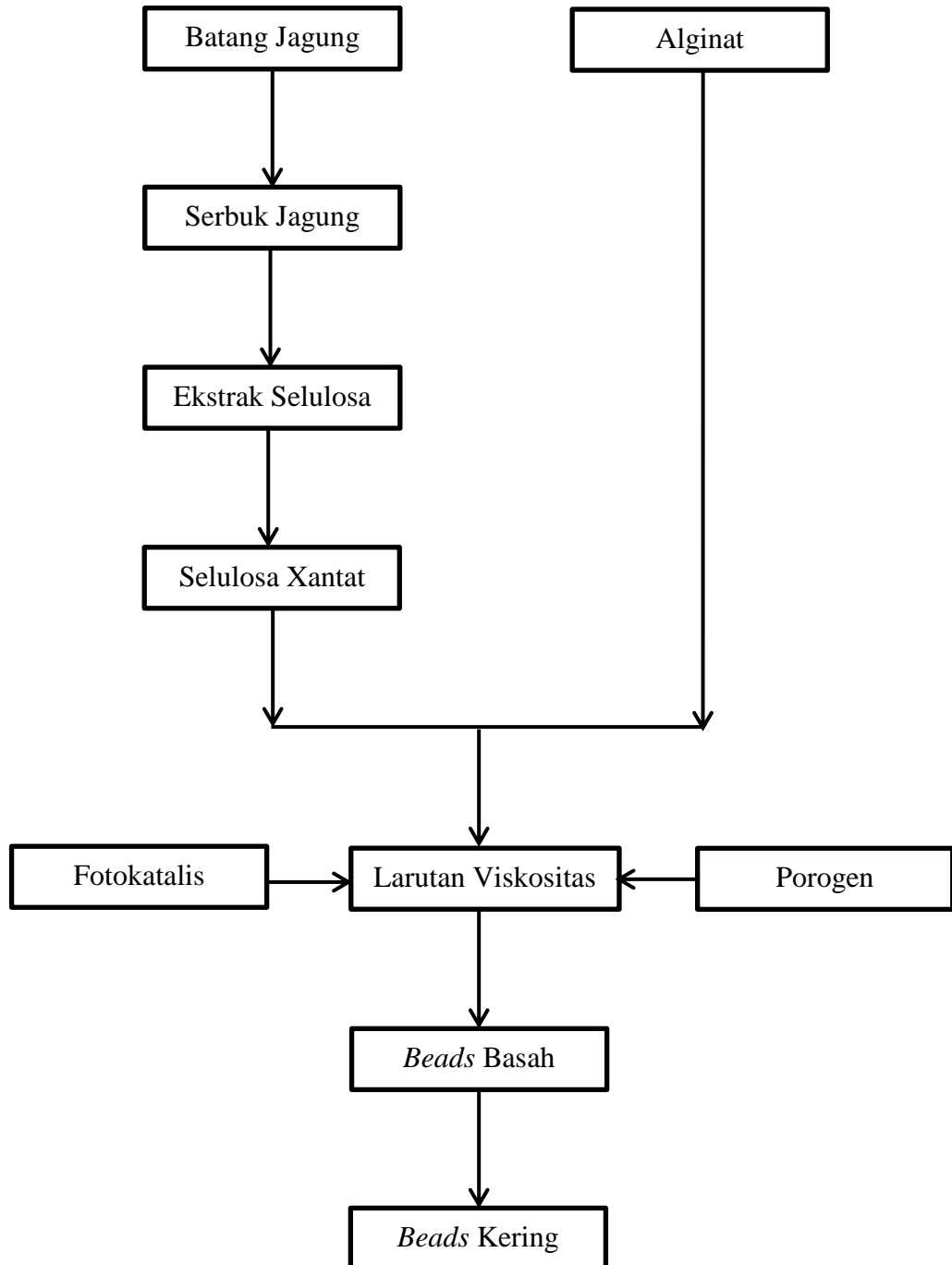
- Nagaveni, K., Hegde, M.S., Ravishankar, N., Subbanna, G.N., dan Madras, G., 2004. Synthesis and Structure of Nanocrystalline  $\text{TiO}_2$  with Lower Band Gap Showing High Photocatalytic Activity. *Langmuir*. 20, 2900–2907.
- Naimah, S., dan Ermawati, R., 2011. Efek Fotokatalisi Nano  $\text{TiO}_2$  Terhadap Mekanisme Antimikrobia E Coli dan *Salmonella*. *Jurnal Riset Industri V*, 113–120.
- Naimah, S., A., S.A., Jati, B.N., Aidha, N.N., dan Cahyaningtyas, A.A., 2014. Degradasi Zat Warna Pada Limbah Cair Industri Tekstil Dengan Metode Fotokatalitik Menggunakan Nanokomposit  $\text{TiO}_2$  – Zeolit. *Jurnal Kimia Dan Kemasan* 36, 225.
- Park, K., dan Yeo, Y., 2007. *Microencapsulation Technology*. *Encyclopedia of Pharmaceutical Technology*.
- Patil, J.S., Kamalapur, M.V., Marapur, S.C., dan Kadam, D.V., 2010. Ionotropic Gelation And Polyelectrolyte Complexation: The Novel Techniques to Design Hydrogel Particulate Sustained, Modulated Drug Delivery System: A Review. *Digest Journal of Nanomaterials and Biostructures* 5, 241–248.
- Purnamasari, D., 2011. *Formulasi Beads Mengapung Famotidin Dengan Kalsium Karbonat Sebagai Pembentuk Poros*. Depok: Jurusan Kimia FMIPA UI.
- Puspitasari, S., Yulianti, E., dan Khoiroh, L.M., 2017. Preparasi dan Karakterisasi Beads Alginat:Selulosa Xantat dari AmpasTebu melalui Metode Gelasi Ionik dengan  $\text{CaCO}_3$  sebagai Porogen. *Alchemy Journal of Chemistry* 9.
- Putera, R.D.H., 2012. Ekstraksi Serat Selulosa dari Tanaman Eceng Gondok (*Eichornia Crassipers*) dengan Variasi Larutan. *Skripsi*. Depok: Fakultas Teknik Universitas Indonesia.
- Qazim, N., 2019. Sintesis dan Karakterisasi Beads Alginat-Selulosa dari Batang Jagung dengan Variasi Senyawa Porogen, *Skripsi*. Malang: UIN Maulana Malik Ibrahim.
- Quthb, S., 2004. *Tafsir Fi Zhilalil Qur'an, 19th ed*. Jakarta: Gema Insani.
- Quthb, S., 2004. *Tafsir Fi Zhilalil Qur'an, 16th ed*. Jakarta: Gema Insani.
- Quthb, S., 2004. *Tafsir Fi Zhilalil Qur'an, 4th ed*. Jakarta: Gema Insani.
- Rahmidar, L., Nurilah, I., dan Sudiarty, T., 2018. Karakterisasi Metil Selulosa yang Disintesis dari Kulit Jagung (*Zea mays*). *Pendipa Journal of Science Education* 2.
- Rehman, N., de Miranda, M.I.G., Rosa, S.M.L., Pimentel, D.M., Nachtigall, S.M.B., dan Bica, C.I.D., 2013. Cellulose and Nanocellulose from Maize

- Straw: An Insight on the Crystal Properties. *Journal Polymers Environmental*.
- Ren, H., Gao, Z., Wu, D., Jiang, J., Sun, Y., dan Luo, C., 2016. Efficient Pb(II) removal using sodium alginate–carboxymethyl cellulose gel beads: Preparation, characterization, and adsorption mechanism. *Carbohydrate Polymers*. 137, 402–409.
- Rodgers, B., dan Waddell, W., 2005. *Tire Engineering, in: Science and Technology of Rubber*. Elsevier, pp. 619–II.
- Rosanti, A.D., Wardani, A.R.K., dan Latifah, E.U., 2020. Pengaruh Variasi Konsentrasi Urea Terhadap Fotoaktivitas Material Fotokatalis N/TiO<sub>2</sub> Untuk Penjernihan Limbah Batik Tenun Ikat Kediri. *Jurnal Kimia Riset* 5, 55–56.
- Rosdiana, N.S., Sarjono, P.R., dan Mulyani, N.S., 2013. Aktivitas Fusarium oxysporum dalam Menghidrolisis Eceng Gondok (*Eichhornia crassipes*) dengan Variasi Temperatur. *Chemical Information*. 1. 220–225.
- Saleh, A., Pakpahan, M.M.D., dan Angelina, N., 2009. Pengaruh Konsentrasi Pelarut, Temperatur dan Waktu Pemasakan pada Pembuatan Pulp dari Sabut Kelapa Muda. *Jurnal Teknik Kimia*, 16, 10.
- Sarkar, S., Chakraborty, S., dan Bhattacharjee, C., 2015. Photocatalytic degradation of pharmaceutical wastes by alginate supported TiO<sub>2</sub> nanoparticles in packed bed photo reactor (PBPR). *Ecotoxicology and Environmental Safety*. 121, 263–270.
- Shihab, 2000. *Tafsir al-Misbah*. Ciputat: Lentera Hati.
- Sönmez, M., Fıcaı, A., Fıcaı, D., Trusca, R., dan Andronescu, E., 2016. Alginate/Cellulose Composite Beads For Enviromental Applications. U.P.B. *Scientific Bulletin* 78, 12.
- Sumardjo, D., 2009. *Pengantar Kimia: Buku Panduan Kuliah Mahasiswa Kedokteran dan Program Strata I Fakultas Bioeksakta*. Jakarta: Penerbit Buku Kedokteran EGC.
- Supriyanto, E., Holikin, A., dan Suwardiyanto, 2014. Pengaruh Thermal Annealing terhadap Struktur Kristal dan Morfologi Bubuk Titanium Dioksida (TiO<sub>2</sub>). *Jurnal Ilmu Dasar* 15, 37–41
- Suvachittanont, S., dan Pookingdao, W., 2013. Development of Porous Spherical Cellulose Bead Production from Corn Cob as an Exfoliating Agent for Cosmetic Industries. *Journal of Chemistry and Chemical Engineering*. 7(12): 1156-1163.

- Swarbrick, J., 2007. *Encyclopedia of Pharmaceutical Technology*, 3rd ed. New York: Informa Healthcare.
- Swatloski, R.P., Spear, S.K., Holbrey, J.D., dan Rogers, R.D., 2002. Dissolution of Cellulose with Ionic Liquids. *Journal of American Chemical Society*. 124, 4974–4975.
- Taherzadeh, M.J., dan Karimi, K., 2007. Acid-Base Hydrolysis Processes for Ethanol from Lignoselluloseic Materials: A Review 28.
- Thomas, M., Naikoo, G.A., Sheikh, M.U.D., Bano, M., dan Khan, F., 2016. Effective photocatalytic degradation of Congo red dye using alginate/carboxymethyl cellulose/TiO<sub>2</sub> nanocomposite hydrogel under direct sunlight irradiation. *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry*. 327, 33–43.
- Wang, T., Li, B., dan Si, H., 2013. Preparation Of Regenerated Cellulose Bead And Its Coating With Cyclodextrins. *Cellulose Chemistry And Technology* 47 (1–2), 37–47, 11.
- Wardhani, S., Bahari, A., dan Misbah Khunur, M., 2016. Aktivitas Fotokatalitik Beads TiO<sub>2</sub>-N/Zeolit - Kitosan pada Fotodegradasi Metilen Biru (Kajian Pengembangan, Sumber Sinar dan Lama Penyinaran). *Journal of Enviromental Engineering and Sustainable Technology*. 3, 78–84.
- Widi, R.K., 2018. *Pemanfaatan Material Anorganik Pengenalan dan Beberapa Inovasi di Bidang Penelitian*. Yogyakarta: CV Budi Utama.
- Yulianti, E., Dianti, M.R., dan Mahmudah, R., 2016. Pembuatan Nature Cellulose Beads dari Batang Jagung sebagai Pengemban Senyawa Aktif Antidiabetik Tanaman Kelor Moringa Oleivera. *Laporan DIKTIS*.
- Yulianti, E., Mahmudah, Ri., Ma'rifah, A., dan Azmiyani, U., 2019. Adsorpsi Logam Ni dan Cu pada Limbah Cair Laboratorium Kimia menggunakan Biosorben Batang Jagung Termodifikasi Asam Sitrat. *Alchemy* 7, 13.
- Zhang, J., Zhou, P., Liu, J., dan Yu, J., 2014. New understanding of the difference of photocatalytic activity among anatase, rutile and brookite TiO<sub>2</sub>. *Journal of Physical Chemistry and Chemical Physics* 16, 20382–20386.
- Zheng, L., dan Meng, P., 2016. Preparation, characterization of corn stalk xanthates and its feasibility for Cd (II) removal from aqueous solution. *The Journal of Physical Chemistry C*. 58, 391–400.

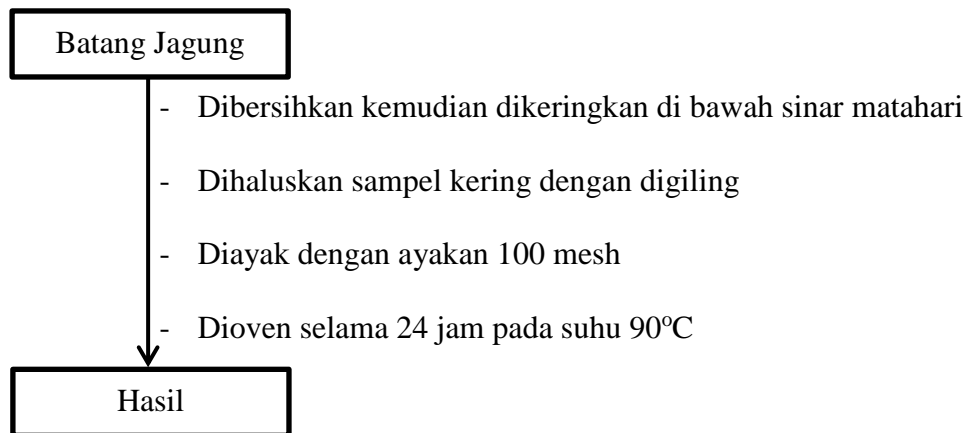
## LAMPIRAN

### Lampiran 1. Rancangan Penelitian

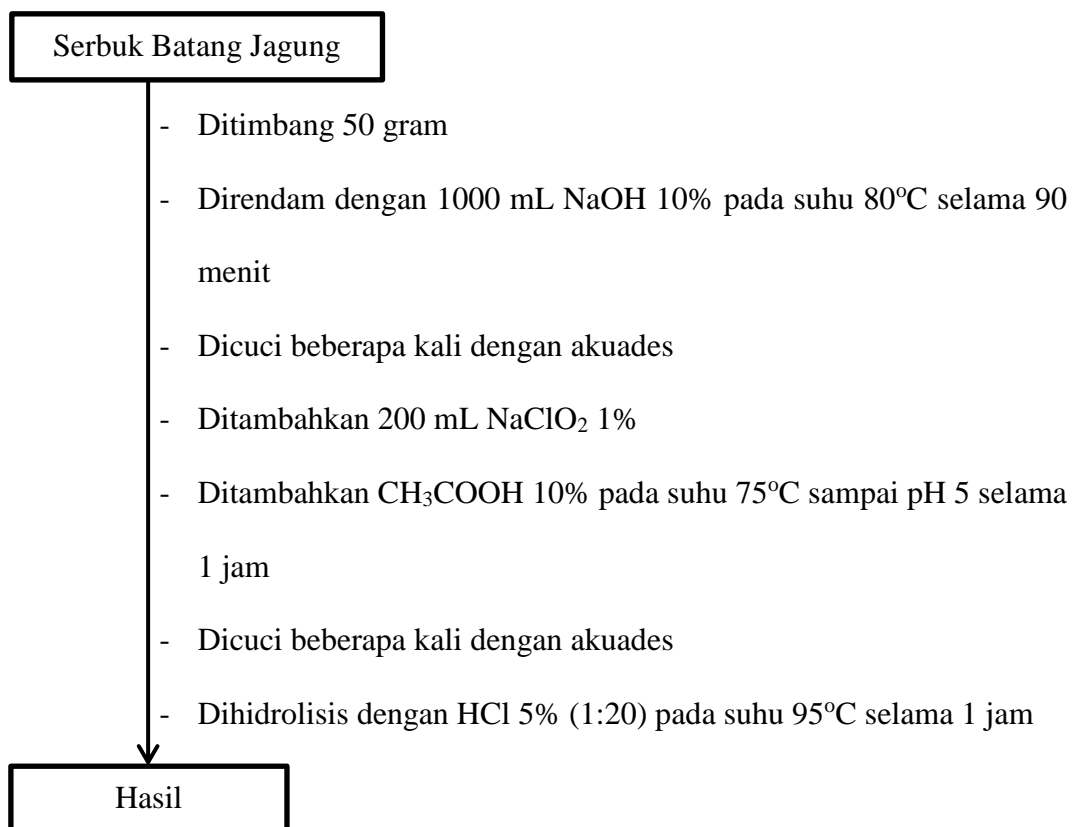


## Lampiran 2. Skema Kerja

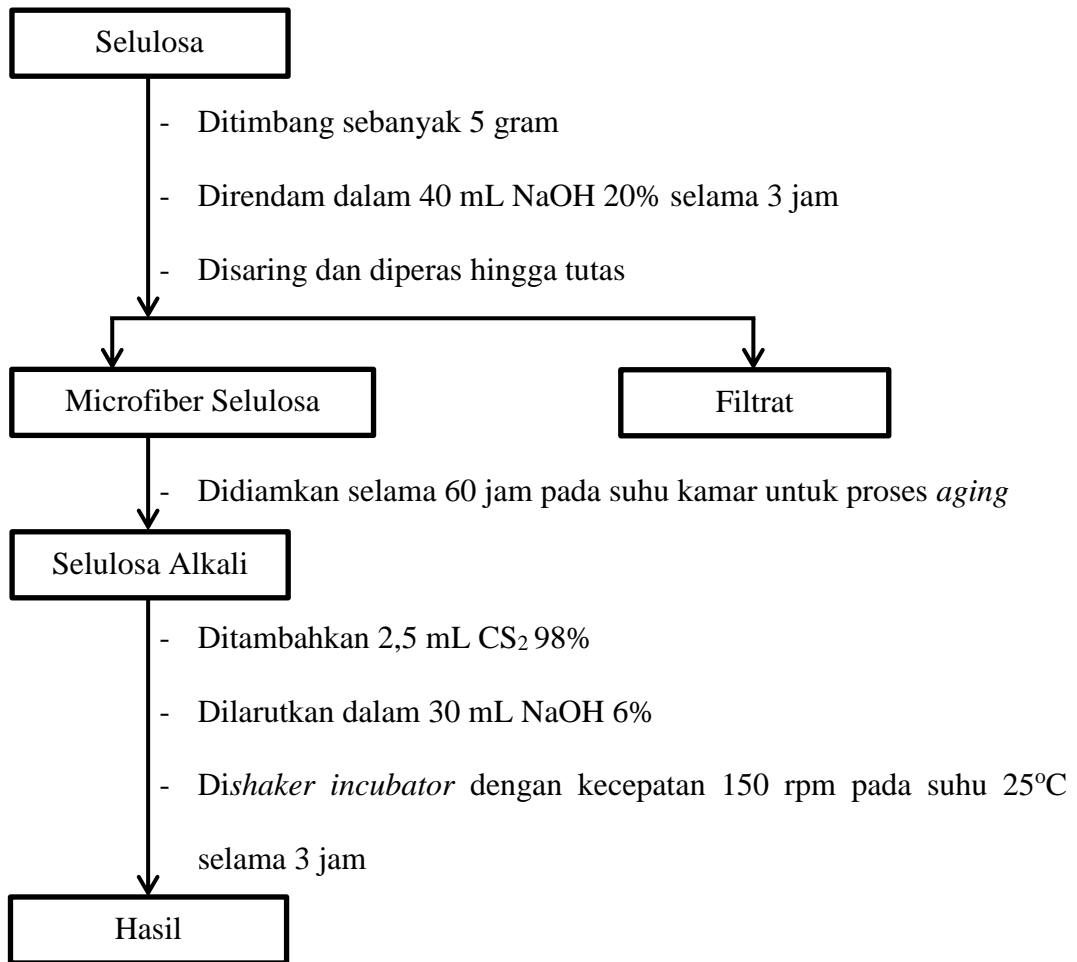
### L.2.1 Preparasi Sampel



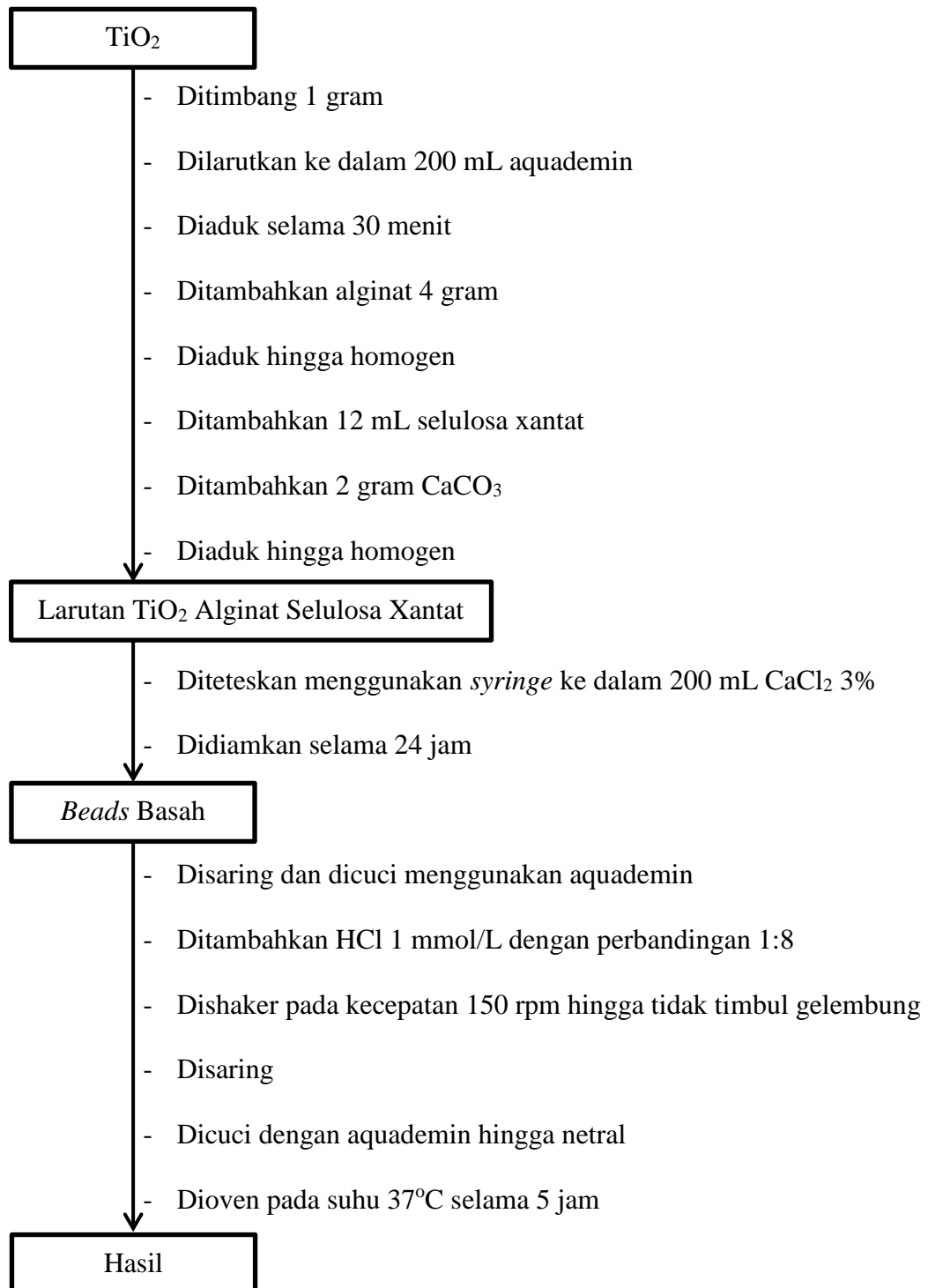
### L.2.2 Ekstraksi Selulosa dari Batang Jagung



### L.2.3 Pembuatan Selulosa Xantat

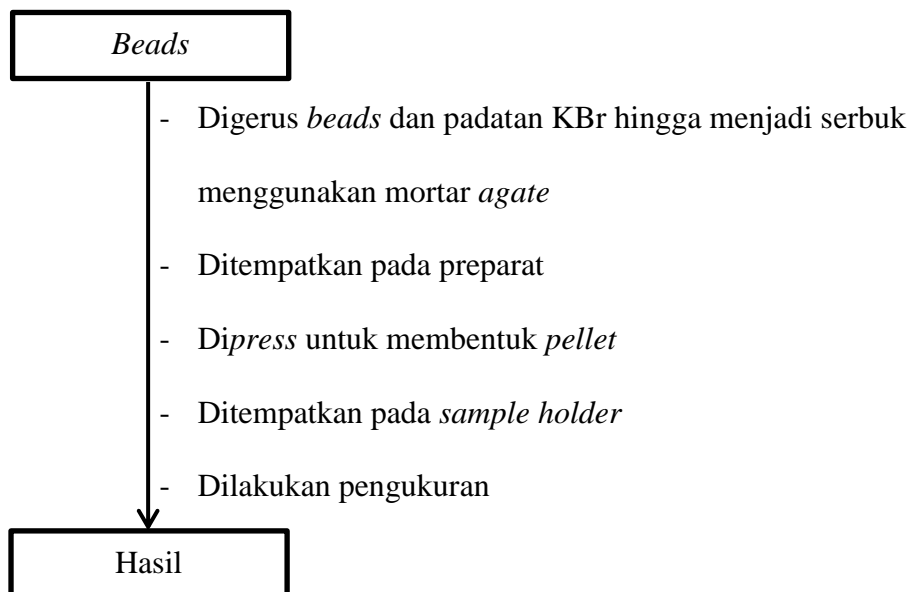




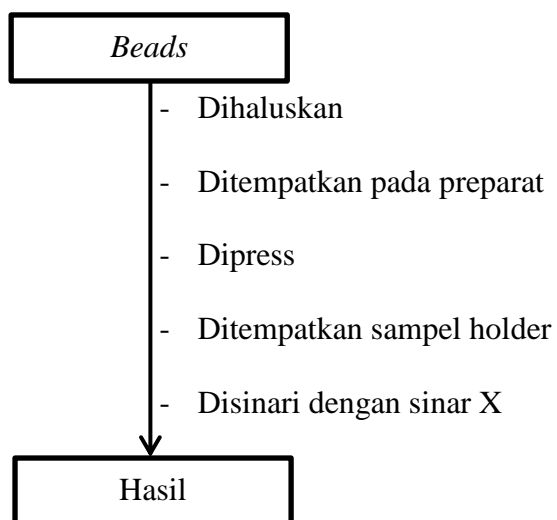
**L.2.4 Penentuan Konsentrasi Terbaik  $\text{TiO}_2$  dalam Pembentukan *Beads*** **$\text{TiO}_2$ /Alginate Selulosa Xantat**

## L.2.5 Karakterisasi

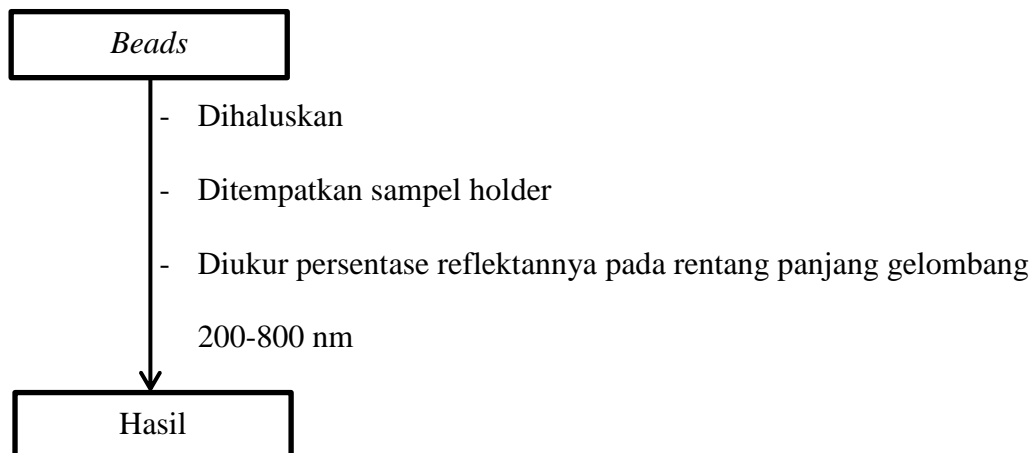
### L.2.5.1 Analisis Gugus Fungsi



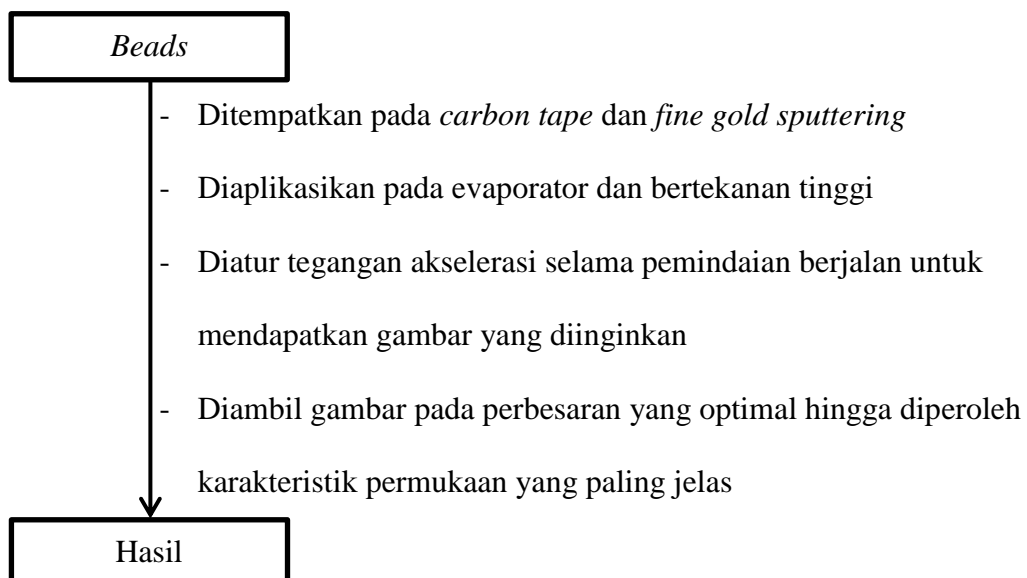
### L.2.5.2 Analisis Karakter Struktur



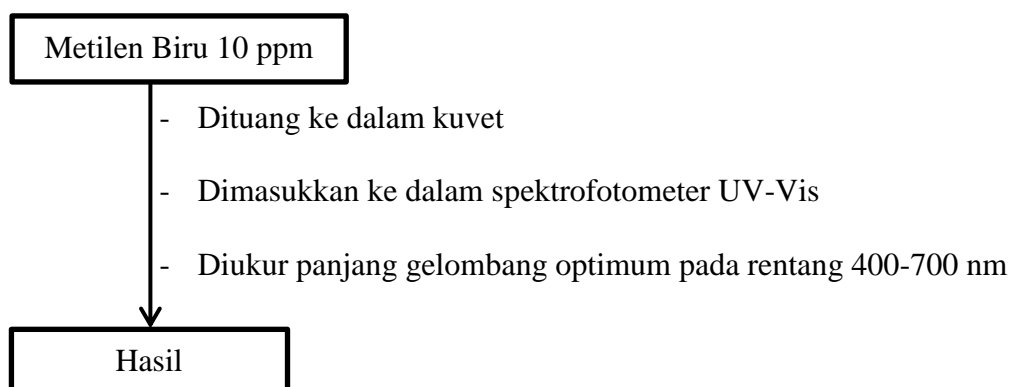
#### L.2.5.3 Analisis Serapan Sinar dan Energi Celah Pita



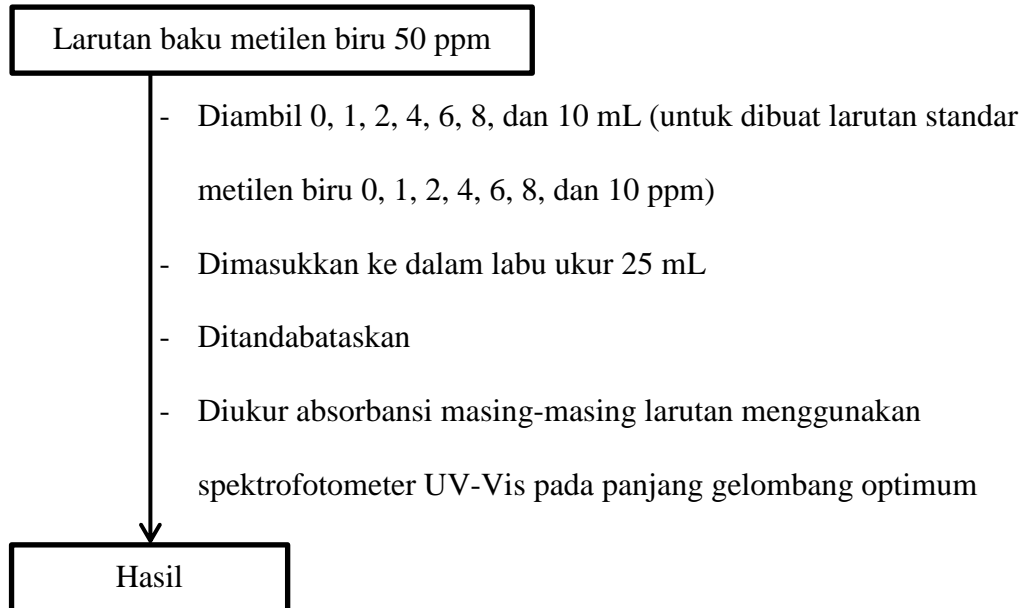
#### L.2.5.4 Analisis Permukaan



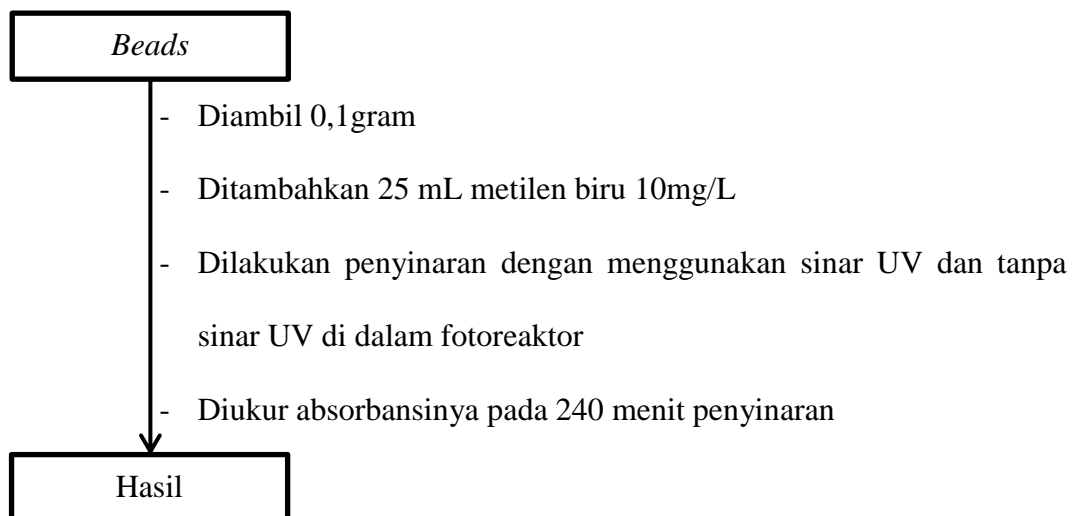
#### L.2.5.5 Penentuan Panjang Gelombang Optimum Metilen Biru



#### L.2.5.6 Pembuatan Kurva Standar



#### L.2.5.7 Uji Aktivitas Fotodegradasi



### Lampiran 3. Preparasi Larutan dan Perhitungan

#### L.3.1 Ekstraksi Selulosa

##### a. NaOH 10% dalam 1000 mL

Diketahui:

Ditanya: m?

$$v = 1000 \text{ mL}$$

$$\% \frac{b}{v} = 10\%$$

Jawab:

$$\% \frac{b}{v} = \frac{m}{v} \dots\dots\dots (\text{L.3.1(a)})$$

$$10\% = \frac{m}{1000 \text{ mL}}$$

$$m = \frac{10}{100} \times 1000 = 100 \text{ gram}$$

Jadi, larutan NaOH 10% dibuat dengan cara mengencerkan 100 gram NaOH ke dalam 1000 mL akuades.

##### b. NaClO<sub>2</sub> 1% dalam 250 mL

Diketahui:

Ditanya: V<sub>1</sub>?

$$M_1 = 1\%$$

$$M_2 = 25\%$$

$$V_2 = 100 \text{ mL}$$

Jawab:

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2 \dots\dots\dots (\text{L.3.1(b)})$$

$$1\% \times 250 \text{ mL} = 25\% \times V_2$$

$$V_2 = \frac{1\% \times 250 \text{ mL}}{25\%} = 10 \text{ mL}$$

Jadi, larutan  $\text{NaClO}_2$  1% dibuat dari 10 mL  $\text{NaClO}_2$  25% yang diencerkan dalam 250 mL akuades.

**c.  $\text{CH}_3\text{COOH}$  10% dalam 100 mL**

Diketahui:

Ditanya:  $V_2$ ?

$$M_1 = 10\%$$

$$V_1 = 100 \text{ mL}$$

$$M_2 = 99,85\%$$

Jawab:

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$10\% \times 100 \text{ mL} = 99,85\% \times V_2$$

$$V_2 = \frac{10\% \times 100 \text{ mL}}{99,85\%} = 10,02 \text{ mL}$$

Jadi, larutan  $\text{CH}_3\text{COOH}$  10% dibuat dari 10,02 mL  $\text{CH}_3\text{COOH}$  99,85% yang diencerkan dalam 100 mL akuades.

**d.  $\text{HCl}$  5% dalam 1000 mL**

Diketahui:

Ditanya:  $V_2$ ?

$$M_1 = 5\%$$

$$V_1 = 1000 \text{ mL}$$

$$M_2 = 37\%$$

Jawab:

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$5\% \times 1000 \text{ mL} = 37\% \times V_2$$

$$V_2 = \frac{5\% \times 1000 \text{ mL}}{37\%} = 135,1 \text{ mL}$$

Jadi, larutan HCl 5% dibuat dari 135,1 mL HCl 37% yang diencerkan dalam 1000 mL akuades.

### L.3.2 Pembuatan Selulosa Xantat

#### a. NaOH 20% dalam 100 mL

Diketahui:

Ditanya: m?

$$v = 100 \text{ mL}$$

$$\% \frac{b}{v} = 10\%$$

Jawab:

$$\% \frac{b}{v} = \frac{m}{v}$$

$$20\% = \frac{m}{100 \text{ mL}}$$

$$m = \frac{20}{100} \times 100 = 20 \text{ gram}$$

Jadi, larutan NaOH 20% dibuat dengan cara mengencerkan 20 gram NaOH ke dalam 100 mL akuades.

#### b. NaOH 6% dalam 100 mL

Diketahui:

Ditanya: m?

$$v = 100 \text{ mL}$$

$$\% \frac{b}{v} = 6\%$$

Jawab:

$$\% \frac{b}{v} = \frac{m}{v}$$

$$6\% = \frac{m}{100 \text{ mL}}$$

$$m = \frac{6}{100} \times 100 = 6 \text{ gram}$$

Jadi, larutan NaOH 6% dibuat dengan cara mengencerkan 6 gram NaOH ke dalam 100 mL akuades.

### L.3.3 Pembuatan *Beads*

#### a. HCl 1 mmol/L

Diketahui:

Ditanya:  $V_1$ ?

$M_1$  : 37%

$M_2$  : 0,001  $\frac{\text{mol}}{\text{L}}$

$\rho$  HCl : 1,19  $\frac{\text{gram}}{\text{mL}}$

$M_r$  : 36,5  $\frac{\text{gram}}{\text{mol}}$

$V_2$  : 1000 mL

Jawab:

$$M = \% \times \rho \times \frac{1000 \frac{\text{mL}}{\text{L}}}{M_r} \dots\dots\dots (\text{L.3.1(c)})$$

$$M = 37 \% \times 1,19 \frac{\text{gram}}{\text{mL}} \times \frac{1000 \frac{\text{mL}}{\text{L}}}{36,5 \frac{\text{gram}}{\text{mol}}}$$

$$M = 12,06 \frac{\text{mol}}{\text{L}}$$

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$12,06 \frac{\text{mol}}{\text{L}} \times V_1 = 0,001 \frac{\text{mol}}{\text{L}} \times 1000 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{0,001 \frac{\text{mol}}{\text{L}} \times 1000 \text{ mL}}{12,06 \frac{\text{mol}}{\text{L}}} = 0,1 \text{ mL}$$



Jadi, larutan HCl 1 mmol/L dibuat dari 0,1 mL HCl 37% yang diencerkan dalam 1000 mL akuades.

**b. CaCl<sub>2</sub> 3% dalam 250 mL**

Diketahui:

Ditanya: m?

$$v = 250 \text{ mL}$$

$$\% \frac{b}{v} = 3\%$$

Jawab:

$$\% \frac{b}{v} = \frac{m}{v}$$

$$3\% = \frac{m}{250 \text{ mL}}$$

$$m = \frac{3}{100} \times 250 = 7,5 \text{ gram}$$

Jadi, larutan CaCl<sub>2</sub> dibuat dengan cara mengencerkan 7,5 gram CaCl<sub>2</sub> ke dalam 250 mL akuades.

**L.3.4 Penentuan Panjang Gelombang Optimum Metilen Biru**

**a. Larutan stok 50 ppm**

Diketahui

Ditanya: M<sub>2</sub>?

$$M_1 \text{ metilen biru} = 50 \text{ mg}$$

$$V_1 = 1000 \text{ mL}$$

$$V_2 = 100 \text{ mL}$$

Jawab:

$$\text{ppm} = \frac{\text{mg}}{\text{L}} = \frac{\text{mg}}{1000 \text{ mL}}$$

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$50 \text{ mg} \times 100 = M_2 \times 1000$$

$$M_2 = \frac{50 \text{ mg} \times 100 \text{ mL}}{1000 \text{ mL}} = 5 \text{ mg}$$

Jadi, larutan stok metilen biru 50 ppm dibuat dengan melarutkan 5 mg metilen biru ke dalam 100 mL aquades.

**b. Larutan metilen biru 5 ppm dalam 100 mL**

Diketahui

Ditanya:  $V_1$ ?

$M_1$  metilen biru = 50 ppm

$V_2$  = 50 mL

$M_2$  = 5 ppm

Jawab:

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$50 \text{ ppm} \times V_1 = 5 \text{ ppm} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{5 \text{ ppm} \times 50 \text{ mL}}{50 \text{ ppm}} = 5 \text{ mL}$$

Jadi, larutan metilen biru 5 ppm dibuat dengan melarutkan 5 mL larutan stok 50 ppm dalam 50 mL aquades.

**L.3.5 Pembuatan Kurva Standar**

**a. Larutan metilen biru 2 ppm**

Diketahui

Ditanya:  $V_1$ ?

$M_1$  metilen biru = 50 ppm

$V_2$  = 50 mL

$M_2$  = 2 ppm

Jawab:

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$50 \text{ ppm} \times V_1 = 2 \text{ ppm} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{2 \text{ ppm} \times 50 \text{ mL}}{50 \text{ ppm}} = 2 \text{ mL}$$

Jadi, larutan metilen biru 2 ppm dibuat dengan melarutkan 2 mL larutan stok 50 ppm dalam 50 ml aquades.

**b. Larutan metilen biru 4 ppm**

Diketahui

Ditanya:  $V_1$ ?

$M_1$  metilen biru = 50 ppm

$V_2$  = 50 mL

$M_2$  = 4 ppm

Jawab:

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$50 \text{ ppm} \times V_1 = 4 \text{ ppm} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{4 \text{ ppm} \times 50 \text{ mL}}{50 \text{ ppm}} = 4 \text{ mL}$$

Jadi, larutan metilen biru 4 ppm dibuat dengan melarutkan 4 mL larutan stok 50 ppm dalam 50 ml aquades.

**c. Larutan metilen biru 6 ppm**

Diketahui

Ditanya:  $V_1$ ?

$M_1$  metilen biru = 50 ppm

$V_2$  = 50 mL

$M_2$  = 6 ppm

Jawab:

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$50 \text{ ppm} \times V_1 = 6 \text{ ppm} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{6 \text{ ppm} \times 50 \text{ mL}}{50 \text{ ppm}} = 6 \text{ mL}$$

Jadi, larutan metilen biru 6 ppm dibuat dengan melarutkan 6 mL larutan stok 50 ppm dalam 50 ml aquades.

**d. Larutan metilen biru 8 ppm**

Diketahui

Ditanya:  $V_1$ ?

$M_1$  metilen biru = 50 ppm

$V_2$  = 50 mL

$M_2$  = 8 ppm

Jawab:

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$50 \text{ ppm} \times V_1 = 8 \text{ ppm} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{8 \text{ ppm} \times 50 \text{ mL}}{50 \text{ ppm}} = 8 \text{ mL}$$

Jadi, larutan metilen biru 8 ppm dibuat dengan melarutkan 8 mL larutan stok 50 ppm dalam 50 ml aquades.

**e. Larutan metilen biru 10 ppm**

Diketahui

Ditanya:  $V_1$ ?

$M_1$  metilen biru = 50 ppm

$V_2$  = 50 mL

$M_2$  = 10 ppm

Jawab:

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$50 \text{ ppm} \times V_1 = 10 \text{ ppm} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{10 \text{ ppm} \times 50 \text{ mL}}{50 \text{ ppm}} = 10 \text{ mL}$$

Jadi, larutan metilen biru 10 ppm dibuat dengan melarutkan 10 mL larutan stok 50 ppm dalam 50 ml aquades.

### L.3.6 Uji Aktivitas Fotodegradasi

Diketahui

Ditanya:  $V_1$ ?

$M_1$  metilen biru = 50 ppm

$V_2$  = 50 mL

$M_2$  = 10 ppm

Jawab:

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$50 \text{ ppm} \times V_1 = 10 \text{ ppm} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{10 \text{ ppm} \times 50 \text{ mL}}{50 \text{ ppm}} = 10 \text{ mL}$$

Jadi, larutan metilen biru 10 ppm dibuat dengan melarutkan 10 mL larutan stok 50 ppm dalam 50 ml aquades.

## Lampiran 4. Perhitungan

### L.4.1 Rendemen Selulosa

$$\begin{aligned}\% \text{ Rendemen} &= \frac{\text{massa awal} - \text{massa akhir}}{\text{massa awal}} \times 100\% \dots\dots\dots (\text{L.4.1(a)}) \\ &= \frac{(50,0 - 32,0) \text{ gram}}{50,0 \text{ gram}} \times 100\% = 36 \%\end{aligned}$$

### L.4.2 Fotodegradasi Metilen Biru

Tabel L.4.1 Hasil Fotodegradasi dalam Kondisi Gelap

Sampel	Abs	Rata – Rata Abs	Konsentrasi Awal (ppm)	Konsentrasi Akhir (ppm)	Degradasi (%)
Kontrol	-	1,3422	10,32	-	-
0a	0,5354	0,53915		4,78	53,68
0b	0,5429				
1a	0,5270	0,52005		4,65	54,94
1b	0,5131				
2a	0,5784	0,5755		5,03	51,26
2b	0,5726				
3a	0,5036	0,5029		4,53	56,10
3b	0,5022				

**Keterangan:**

Kontrol : konsentrasi awal metilen biru

0a : komposisi TiO<sub>2</sub> 0 gram a

0b : komposisi TiO<sub>2</sub> 0 gram b

1a : komposisi TiO<sub>2</sub> 1 gram a

1b : komposisi TiO<sub>2</sub> 1 gram b

2a : komposisi TiO<sub>2</sub> 2 gram a

2b : komposisi TiO<sub>2</sub> 2 gram b

3a : komposisi TiO<sub>2</sub> 3 gram a

3b : komposisi TiO<sub>2</sub> 3 gram b

#### a) Konsentrasi

Persamaan linier  $y = 0,1449x - 0,1537$

- Kontrol

Absorbansi : 1,3422

$$y = 0,1449x - 0,1537$$

$$1,3422 = 0,1449x - 0,1537$$

$$x = \frac{0,1537 + 1,3422}{0,1449}$$

$$0,1449$$

$$x = 10,32 \text{ ppm}$$

- TiO<sub>2</sub> 0 gram

Absorbansi : 0,53915

$$y = 0,1449x - 0,1537$$

$$0,53915 = 0,1449x - 0,1537$$

$$x = \frac{0,1537 + 0,53915}{0,1449}$$

$$0,1449$$

$$x = 4,78 \text{ ppm}$$

- TiO<sub>2</sub> 1 gram

Absorbansi : 0,52005

$$y = 0,1449x - 0,1537$$

$$0,52005 = 0,1449x - 0,1537$$

$$x = \frac{0,1537 + 0,52005}{0,1449}$$

$$0,1449$$

$$x = 4,65 \text{ ppm}$$

- TiO<sub>2</sub> 2 gram

Absorbansi : 0,5755

$$y = 0,1449x - 0,1537$$

$$0,5755 = 0,1449x - 0,1537$$

$$x = \frac{0,1537 + 0,5755}{0,1449}$$

$$x = 5,03 \text{ ppm}$$

- TiO<sub>2</sub> 3 gram

Absorbansi : 0,5029

$$y = 0,1449x - 0,1537$$

$$0,5029 = 0,1449x - 0,1537$$

$$x = \frac{0,1537 + 0,5029}{0,1449}$$

$$x = 4,53 \text{ ppm}$$

#### b) % Degradasi

$$\% \text{ Degradasi} = \frac{(C_o - C)}{C_o} \times 100\% \dots\dots\dots (L.4.2(a))$$

$C_o$

$$C_o = 10,32 \text{ ppm}$$

- TiO<sub>2</sub> 0 gram

$$C = 4,78 \text{ ppm}$$

$$\% \text{ Degradasi} = \frac{(10,32 - 4,78) \text{ ppm}}{10,32 \text{ ppm}} \times 100 \%$$

$$= 53,68 \%$$

- TiO<sub>2</sub> 1 gram

$$C = 4,65 \text{ ppm}$$

$$\% \text{ Degradasi} = \frac{(10,32 - 4,65) \text{ ppm}}{10,32 \text{ ppm}} \times 100 \%$$

$$= 54,94 \%$$



- TiO<sub>2</sub> 2 gram

$$C = 5,03 \text{ ppm}$$

$$\% \text{ Degradasi} = \frac{(10,32 - 5,03) \text{ ppm}}{10,32 \text{ ppm}} \times 100 \%$$

$$= 51,26 \%$$

- TiO<sub>2</sub> 3 gram

$$C = 4,53 \text{ ppm}$$

$$\% \text{ Degradasi} = \frac{(10,32 - 4,53) \text{ ppm}}{10,32 \text{ ppm}} \times 100 \%$$

$$= 56,10 \%$$

Tabel L.4.2 Hasil Fotodegradasi dalam Kondisi Terang

Sampel	Abs	Rata – Rata Abs	Konsentrasi Awal (ppm)	Konsentrasi Akhir (ppm)	Degradasi (%)
Kontrol	-	1,3422	10,32	-	-
0a	0,3404	0,35025		3,48	66,28
0b	0,3601				
1a	0,2283	0,2226		2,60	74,81
1b	0,2169				
2a	0,2617	0,2626		2,87	72,19
2b	0,2635				
3a	0,1582	0,1612		2,17	78,97
3b	0,1642				

**Keterangan:**

Kontrol : konsentrasi awal metilen biru

0a : komposisi TiO<sub>2</sub> 0 gram a

0b : komposisi TiO<sub>2</sub> 0 gram b

1a : komposisi TiO<sub>2</sub> 1 gram a

1b : komposisi TiO<sub>2</sub> 1 gram b

2a : komposisi TiO<sub>2</sub> 2 gram a

2b : komposisi TiO<sub>2</sub> 2 gram b

3a : komposisi TiO<sub>2</sub> 3 gram a

3b : komposisi TiO<sub>2</sub> 3 gram b

**c) Konsentrasi**

Persamaan linier  $y = 0,1449x - 0,1537$

- Kontrol

Absorbansi : 1,3422

$$y = 0,1449x - 0,1537$$

$$1,3422 = 0,1449x - 0,1537$$

$$x = \frac{0,1537 + 1,3422}{0,1449}$$

$$x = 10,32 \text{ ppm}$$

- TiO<sub>2</sub> 0 gram

Absorbansi : 0,35025

$$y = 0,1449x - 0,1537$$

$$0,35025 = 0,1449x - 0,1537$$

$$x = \frac{0,1537 + 0,35025}{0,1449}$$

$$x = 3,48 \text{ ppm}$$

- TiO<sub>2</sub> 1 gram

Absorbansi : 0,2226

$$y = 0,1449x - 0,1537$$

$$0,2226 = 0,1449x - 0,1537$$

$$x = \frac{0,1537 + 0,2226}{0,1449}$$

$$x = 2,60 \text{ ppm}$$

- TiO<sub>2</sub> 2 gram

Absorbansi : 0,2626

$$y = 0,1449x - 0,1537$$

$$0,2626 = 0,1449x - 0,1537$$

$$x = \frac{0,1537 + 0,2626}{0,1449}$$

$$x = 2,87 \text{ ppm}$$

- TiO<sub>2</sub> 3 gram

Absorbansi : 0,1612

$$y = 0,1449x - 0,1537$$

$$0,1612 = 0,1449x - 0,1537$$

$$x = \frac{0,1537 + 0,1612}{0,1449}$$

$$x = 2,17 \text{ ppm}$$

#### d) % Degradasi

$$\% \text{ Degradasi} = \frac{(C_o - C)}{C_o} \times 100\% \dots\dots\dots (L.4.2(a))$$

$$C_o = 10,32 \text{ ppm}$$

- TiO<sub>2</sub> 0 gram

$$C = 3,48 \text{ ppm}$$

$$\begin{aligned} \% \text{ Degradasi} &= \frac{(10,32 - 3,48) \text{ ppm}}{10,32 \text{ ppm}} \times 100 \% \\ &= 66,28 \% \end{aligned}$$

- TiO<sub>2</sub> 1 gram

$$C = 2,60 \text{ ppm}$$

$$\begin{aligned} \% \text{ Degradasi} &= \frac{(10,32 - 2,60) \text{ ppm}}{10,32 \text{ ppm}} \times 100 \% \\ &= 74,81 \% \end{aligned}$$

-  $\text{TiO}_2$  2 gram

$$C = 2,87 \text{ ppm}$$

$$\begin{aligned} \% \text{ Degradasi} &= \frac{(10,32 - 2,87) \text{ ppm}}{10,32 \text{ ppm}} \times 100 \% \\ &= 72,19 \% \end{aligned}$$

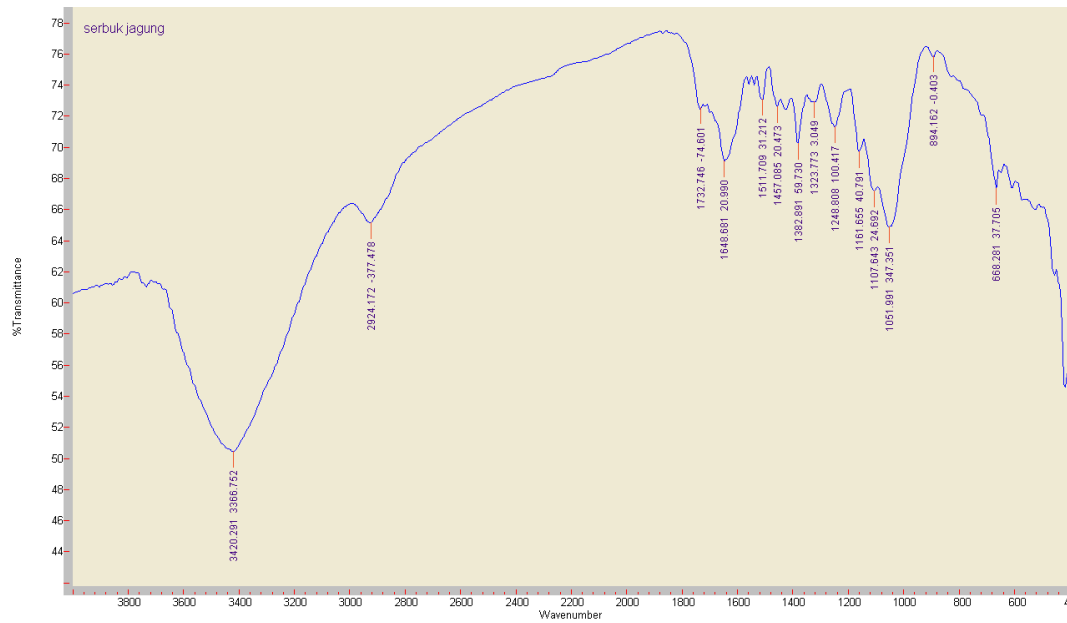
-  $\text{TiO}_2$  3 gram

$$C = 2,17 \text{ ppm}$$

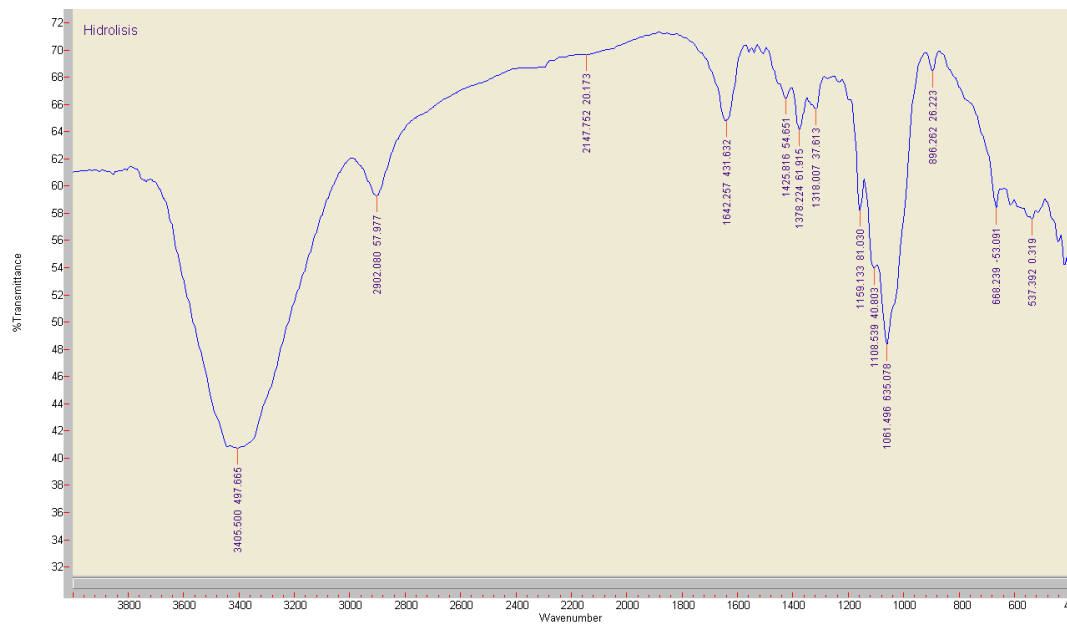
$$\begin{aligned} \% \text{ Degradasi} &= \frac{(10,32 - 2,17) \text{ ppm}}{10,32 \text{ ppm}} \times 100 \% \\ &= 78,97 \% \end{aligned}$$

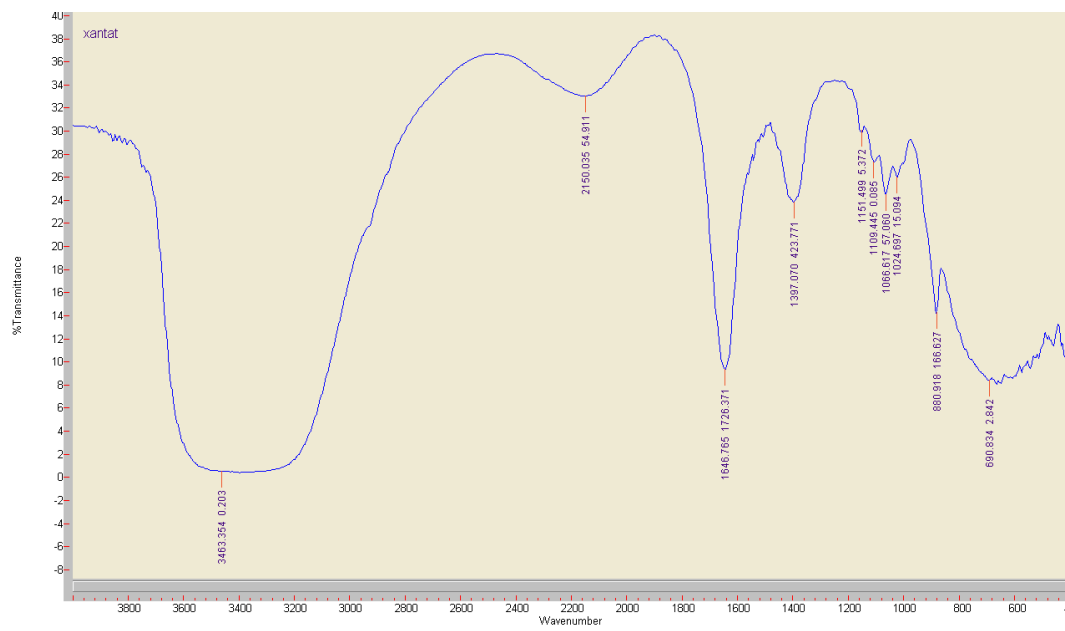
## Lampiran 5. Hasil Analisa FTIR

### a. Serbuk Batang Jagung



### b. Hasil Ekstraksi



**c. Selulosa Xantat**

## Lampiran 6. Hasil Analisa XRD

### L.6.1 Ukuran Partikel

Persamaan Debye-Scherrer

$$D = (K\lambda)/(\beta \cos \theta)$$

Dimana:

$D$  = ukuran partikel (nm)       $\lambda$  = panjang gelombang radiasi (nm)

$\theta$  = sudut difraksi (derajat)       $\beta$  = integrasi luas puncak refleksi (FWHM, radian)

$K$  = konstanta faktor bentuk dari kristal (0,9)

#### 1. $\text{TiO}_2$

Diketahui:

$$\lambda (\text{K}\alpha) = 1,54060 \text{ \AA}$$

$$\beta (\text{FWHM}) = 0,1506^\circ$$

$$= \frac{0,1506}{180} \times 3,14 = 0,00262$$

$$2\theta = 25,3879^\circ$$

$$\theta = \frac{25,3879}{2} = 12,6939$$

$$\cos \theta = 0,9756$$

Ditanya :  $D$ ?

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,9 \times 1,54060}{0,00262 \times 0,9756} = 536,3086 \text{ \AA} = 53,63 \text{ nm}$$

#### 2. *Beads 1*

Diketahui:

$$\lambda (\text{K}\alpha) = 1,54060 \text{ \AA}$$

$$\beta (\text{FWHM}) = 0,167^\circ$$

$$= \frac{0,167}{180} \times 3,14 = 0,00291$$

$$2\theta = 25,358^\circ$$

$$\theta = \frac{25,358}{2} = 12,679$$

$$\cos \theta = 0,9756$$

Ditanya : D?

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,9 \times 1,54060}{0,00291 \times 0,9756} = 488,3909 \text{ \AA} = 48,83 \text{ nm}$$

### 3. Beads 2

Diketahui:

$$\lambda (K\alpha) = 1,54060 \text{ \AA}$$

$$\beta (\text{FWHM}) = 0,158^\circ$$

$$= \frac{0,158}{180} \times 3,14 = 0,00275$$

$$2\theta = 25,402^\circ$$

$$\theta = \frac{25,402}{2} = 12,701$$

$$\cos \theta = 0,9755$$

Ditanya : D?

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,9 \times 1,54060}{0,00275 \times 0,9755} = 516,8594 \text{ \AA} = 51,68 \text{ nm}$$

### 4. Beads 3

Diketahui:

$$\lambda (K\alpha) = 1,54060 \text{ \AA}$$

$$\beta (\text{FWHM}) = 0,190$$

$$= \frac{0,190}{180} \times 3,14 = 0,00331$$

$$2\theta = 25,399^\circ$$

$$\theta = \frac{25,399}{2} = 12,6995$$

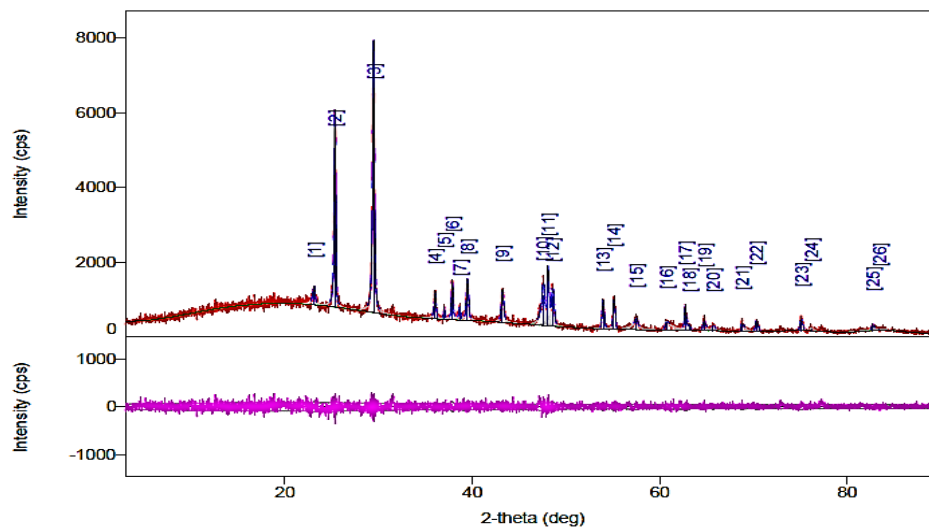


$$\cos \theta = 0,9755$$

Ditanya : D?

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,9 \times 1,54060}{0,00331 \times 0,9755} = 429,4149 \text{ \AA} = 42,94 \text{ nm}$$

## L.6.2 Difraktogram *Beads 1*

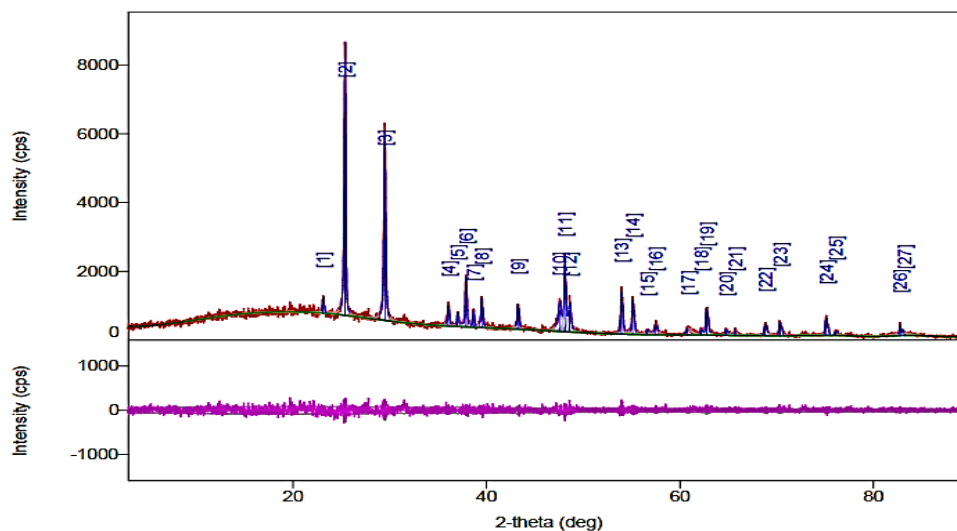


Gambar L.6.1 Difraktogram XRD *beads 1*

Peak list							
No.	2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM(deg)	Int. I(cps deg)	Int. W(deg)	Asym. factor
1	23.16(2)	3.838(4)	335(53)	0.27(5)	141(14)	0.42(11)	3.2(14)
2	25.358(7)	3.5095(10)	3925(181)	0.167(6)	909(14)	0.232(14)	1.2(2)
3	29.474(7)	3.0281(7)	5327(211)	0.190(7)	1498(16)	0.281(14)	1.6(3)
4	36.029(18)	2.4908(12)	540(67)	0.19(3)	158(9)	0.29(5)	0.8(4)
5	37.01(2)	2.4269(13)	283(49)	0.10(3)	44(7)	0.15(5)	0.6(7)
6	37.855(9)	2.3748(5)	924(88)	0.125(14)	190(7)	0.21(3)	0.8(3)
7	38.684(19)	2.3257(11)	279(48)	0.11(4)	52(7)	0.19(6)	2(3)
8	39.498(5)	2.2796(3)	846(84)	0.20(2)	261(8)	0.31(4)	1.7(7)
9	43.211(6)	2.0920(3)	710(77)	0.21(3)	229(9)	0.32(5)	0.8(4)
10	47.542(14)	1.9110(5)	812(82)	0.32(2)	417(19)	0.51(8)	0.78(15)
11	48.084(5)	1.89072(18)	1272(103)	0.110(9)	227(12)	0.18(2)	0.78(15)
12	48.558(12)	1.8734(4)	794(81)	0.28(3)	360(21)	0.45(7)	0.78(15)
13	53.983(15)	1.6972(4)	619(72)	0.199(17)	156(7)	0.25(4)	2.3(9)
14	55.100(5)	1.66543(13)	709(77)	0.157(13)	151(6)	0.21(3)	0.5(2)
15	57.50(6)	1.6015(14)	217(43)	0.48(11)	192(10)	0.9(2)	1.9(14)
16	60.74(5)	1.5236(12)	171(38)	0.50(8)	150(10)	0.9(3)	0.5(3)
17	62.767(13)	1.4792(3)	589(70)	0.146(16)	133(7)	0.23(4)	2.2(11)
18	63.171(16)	1.4707(3)	119(32)	0.11(4)	21(5)	0.17(9)	2.2(11)
19	64.78(3)	1.4380(6)	201(41)	0.27(3)	72(6)	0.36(10)	2.4(16)

20	65.68(3)	1.4204(5)	115(31)	0.33(8)	50(6)	0.44(17)	0.7(8)
21	68.781(19)	1.3638(3)	205(41)	0.20(3)	70(6)	0.34(10)	0.7(2)
22	70.33(2)	1.3375(4)	267(47)	0.21(3)	67(5)	0.25(6)	1.0(4)
23	75.13(3)	1.2636(4)	269(47)	0.22(3)	71(6)	0.26(7)	2.5(18)
24	76.23(5)	1.2479(7)	65(23)	0.29(9)	22(4)	0.34(19)	2.5(18)
25	82.72(3)	1.1657(3)	145(35)	0.14(4)	28(5)	0.19(8)	2(2)
26	83.4(4)	1.157(5)	30(16)	2.8(4)	90(16)	3(2)	2.3(17)

### L.6.3 Difraktogram *Beads 2*

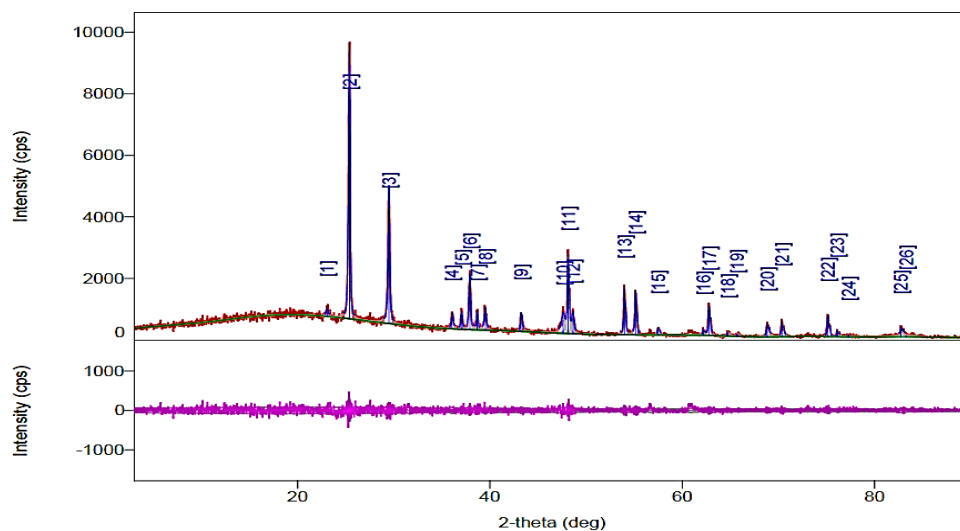


Gambar L.6.2 Difraktogram XRD *beads 2*

Peak list							
No.	2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM(deg)	Int. I(cps deg)	Int. W(deg)	Asym. factor
1	23.118(13)	3.844(2)	309(51)	0.19(4)	75(11)	0.24(8)	0.5(7)
2	25.402(6)	3.5036(8)	5917(222)	0.158(4)	1310(14)	0.221(11)	1.5(2)
3	29.516(7)	3.0239(7)	4073(184)	0.174(8)	1065(12)	0.262(15)	1.6(3)
4	36.10(3)	2.486(2)	427(60)	0.22(3)	133(8)	0.31(6)	1.5(10)
5	37.012(8)	2.4269(5)	348(54)	0.16(3)	77(6)	0.22(5)	0.5(4)
6	37.892(12)	2.3725(7)	1173(99)	0.161(13)	262(8)	0.22(3)	1.1(3)
7	38.688(12)	2.3255(7)	356(54)	0.192(18)	73(6)	0.20(5)	1.8(4)
8	39.542(15)	2.2772(8)	668(75)	0.17(2)	180(7)	0.27(4)	1.9(9)
9	43.279(14)	2.0889(6)	592(70)	0.16(2)	162(7)	0.27(4)	1.1(5)
10	47.580(14)	1.9096(5)	608(71)	0.29(3)	280(16)	0.46(8)	1.2(3)
11	48.132(6)	1.8890(2)	1756(121)	0.132(9)	369(14)	0.21(2)	1.2(3)
12	48.607(15)	1.8716(5)	618(72)	0.28(4)	274(21)	0.44(8)	1.2(3)
13	53.980(11)	1.6973(3)	1091(95)	0.163(14)	267(8)	0.24(3)	1.1(4)
14	55.146(12)	1.6641(3)	872(85)	0.182(16)	230(7)	0.26(3)	1.2(3)
15	56.63(3)	1.6240(7)	129(33)	0.19(5)	37(5)	0.29(11)	0.9(5)
16	57.50(4)	1.6016(10)	238(45)	0.28(5)	103(6)	0.43(11)	0.9(5)
17	60.79(5)	1.5223(11)	152(36)	0.43(8)	110(8)	0.7(2)	0.8(4)
18	62.211(15)	1.4910(3)	162(37)	0.14(3)	31(5)	0.19(7)	1.6(6)
19	62.779(13)	1.4789(3)	691(76)	0.197(15)	187(8)	0.27(4)	1.6(6)
20	64.756(14)	1.4385(3)	148(35)	0.19(4)	49(5)	0.33(11)	0.7(5)

21	65.71(4)	1.4198(9)	109(30)	0.21(6)	28(5)	0.25(11)	0.9(9)
22	68.84(2)	1.3628(4)	284(49)	0.23(3)	95(6)	0.34(8)	1.3(6)
23	70.37(2)	1.3368(3)	346(54)	0.21(2)	91(5)	0.26(6)	2.1(12)
24	75.129(12)	1.26350(18)	477(63)	0.202(13)	112(6)	0.24(4)	1.1(3)
25	76.103(17)	1.2497(2)	124(32)	0.20(4)	35(5)	0.29(11)	1.1(12)
26	82.76(2)	1.1653(2)	234(44)	0.136(18)	36(4)	0.16(5)	1.4(9)
27	83.2(3)	1.160(3)	44(19)	2.3(2)	106(14)	2.4(14)	1.9(9)

### L.6.4 Difraktogram *Beads 3*

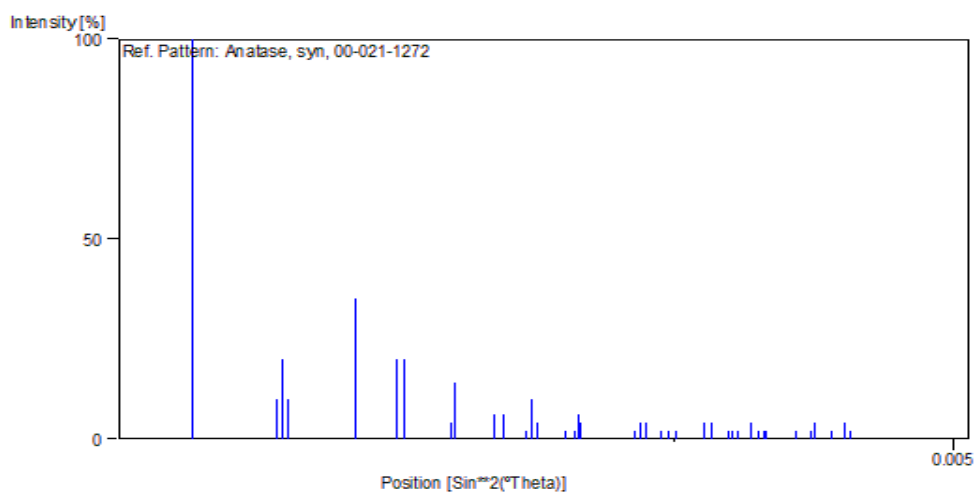


Gambar L.6.3 Difraktogram XRD *beads 3*

Peak list							
No.	2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM(deg)	Int. I(cps deg)	Int. W(deg)	Asym. factor
1	23.05(7)	3.856(12)	163(37)	0.31(6)	55(14)	0.33(16)	0.9(8)
2	25.399(7)	3.5039(9)	6304(229)	0.190(6)	1559(21)	0.247(12)	2.5(5)
3	29.495(9)	3.0260(9)	3254(165)	0.189(9)	895(13)	0.275(18)	1.8(4)
4	36.04(2)	2.4899(16)	426(60)	0.17(4)	120(6)	0.28(5)	0.8(7)
5	37.054(14)	2.4242(9)	433(60)	0.165(18)	93(6)	0.21(4)	2.3(7)
6	37.902(10)	2.3719(6)	1330(105)	0.186(11)	327(8)	0.25(3)	2.2(7)
7	38.66(2)	2.3273(11)	479(63)	0.15(3)	104(7)	0.22(4)	1.2(8)
8	39.511(15)	2.2789(8)	573(69)	0.18(3)	180(8)	0.31(5)	2.1(10)
9	43.224(14)	2.0914(6)	537(67)	0.16(2)	132(6)	0.25(4)	0.9(4)
10	47.594(19)	1.9091(7)	444(61)	0.37(4)	245(18)	0.55(12)	1.6(3)
11	48.116(6)	1.8896(2)	2231(136)	0.141(8)	471(14)	0.211(19)	1.6(3)
12	48.612(13)	1.8714(5)	515(66)	0.25(4)	192(17)	0.37(8)	1.6(3)
13	53.963(7)	1.6978(2)	1348(106)	0.157(8)	296(6)	0.22(2)	1.2(2)
14	55.124(8)	1.6648(2)	1294(104)	0.157(10)	279(8)	0.22(2)	0.9(2)
15	57.49(4)	1.6017(10)	201(41)	0.20(6)	62(7)	0.31(10)	1.2(13)
16	62.176(13)	1.4918(3)	185(39)	0.12(3)	33(4)	0.18(6)	1.5(5)
17	62.763(11)	1.4793(2)	882(86)	0.162(12)	208(7)	0.24(3)	1.5(5)
18	64.71(5)	1.4394(9)	111(30)	0.24(6)	40(6)	0.36(16)	0.8(5)
19	65.68(3)	1.4205(5)	78(26)	0.24(7)	23(5)	0.29(15)	0.5(7)

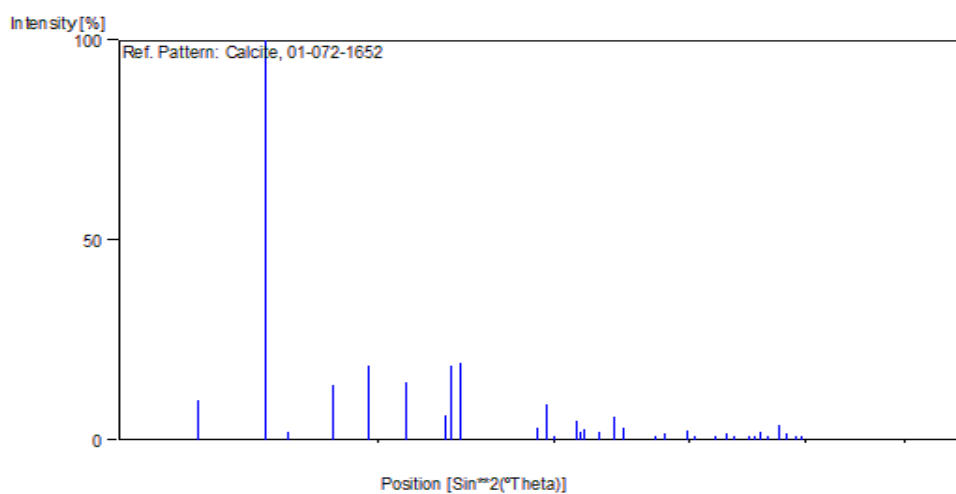
20	68.811(19)	1.3632(3)	368(55)	0.23(3)	133(6)	0.36(7)	0.9(4)
21	70.349(17)	1.3372(3)	456(62)	0.185(19)	125(6)	0.27(5)	1.4(7)
22	75.119(11)	1.26364(16)	657(74)	0.179(10)	152(6)	0.23(3)	1.3(4)
23	76.08(2)	1.2500(3)	216(42)	0.14(3)	46(4)	0.21(6)	0.9(7)
24	77.27(2)	1.2338(3)	65(23)	0.11(9)	15(4)	0.23(14)	2(5)
25	82.699(9)	1.16597(10)	271(48)	0.16(4)	81(6)	0.30(7)	0.5(3)
26	83.27(15)	1.1594(17)	40(18)	2.7(2)	117(11)	2.9(16)	1.5(3)

### L.6.5 Difraktogram TiO<sub>2</sub> Anatas



Gambar L.6.4 Difraktogram XRD TiO<sub>2</sub> Anatas

### L.6.6 Difraktogram CaCO<sub>3</sub>



Gambar L.6.5 Difraktogram XRD CaCO<sub>3</sub>

## Lampiran 7. Hasil Analisa DRS

### Perhitungan Panjang Gelombang

Diketahui :

Ditanya :  $\lambda$ ?

$$c = 3 \times 10^8 \text{ m/s}$$

$$h = 6,626 \times 10^{-34} \text{ J.s}$$

konversi J ke eV

$$1 \text{ eV} = 1,602 \times 10^{-19} \text{ J}$$

$$x \text{ eV} = 6,626 \times 10^{-34} \text{ J.s}$$

$$x = \frac{6,626 \times 10^{-34} \text{ J.s}}{1,602 \times 10^{-19} \text{ J}} \times 1 \text{ eV}$$

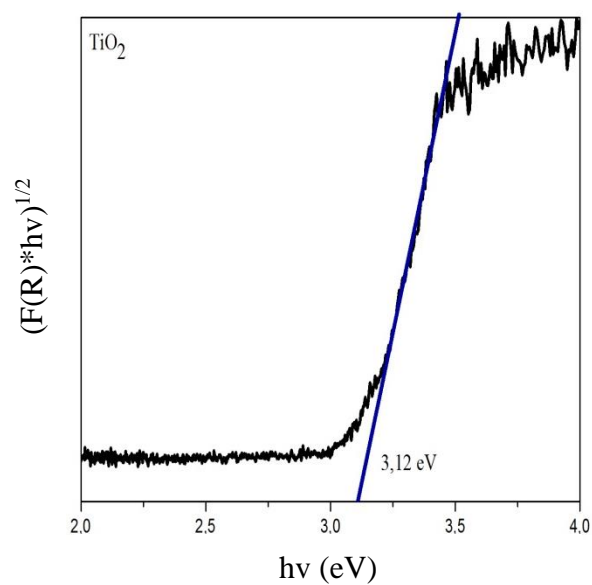
$$x = 4,136 \times 10^{-15} \text{ eV. s}$$

Jawab :

$$E = \frac{h.c}{\lambda}$$

$$\lambda = \frac{h.c}{E}$$

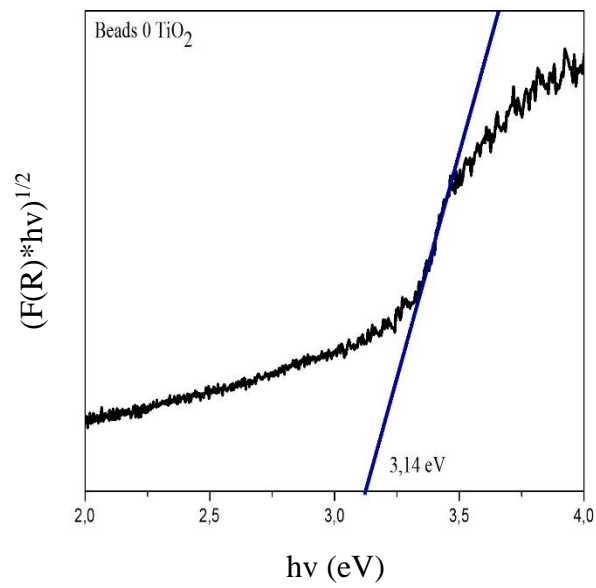
- **TiO<sub>2</sub> Anatas**



$$\lambda = \frac{4,136 \times 10^{-15} \text{ eV.s} \cdot 3 \times 10^8 \text{ m/s}}{3,12 \text{ eV}}$$

$$\lambda = 3,97 \times 10^{-7} \text{ m} = 397 \text{ nm}$$

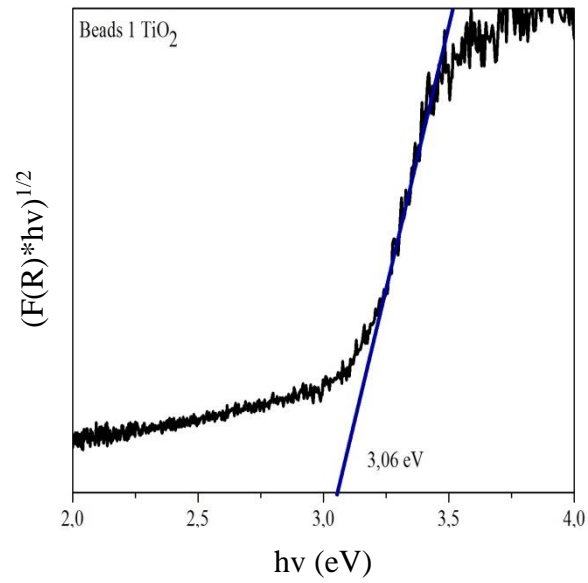
- **Beads 0**



$$\lambda = \frac{4,136 \times 10^{-15} \text{ eV.s} \cdot 3 \times 10^8 \text{ m/s}}{3,16 \text{ eV}}$$

$$\lambda = 3,95 \times 10^{-7} \text{ m} = 395 \text{ nm}$$

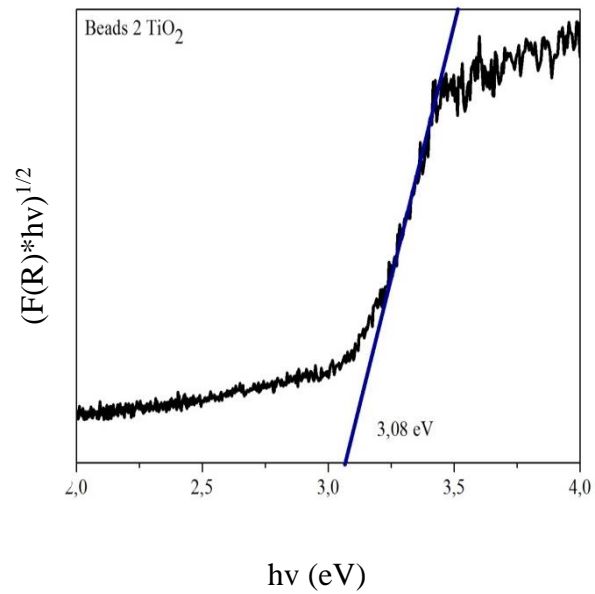
- Beads 1**



$$\lambda = \frac{4,136 \times 10^{-15} \text{ eV.s} \cdot 3 \times 10^8 \text{ m/s}}{3,06 \text{ eV}}$$

$$\lambda = 4,05 \times 10^{-7} \text{ m} = 405 \text{ nm}$$

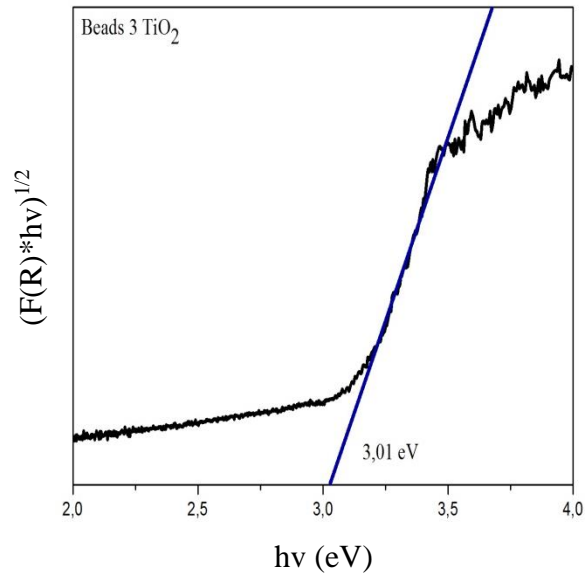
- Beads 2**



$$\lambda = \frac{4,136 \times 10^{-15} \text{ eV.s} \cdot 3 \times 10^8 \text{ m/s}}{3,08 \text{ eV}}$$

$$\lambda = 4,02 \times 10^{-7} \text{ m} = 402 \text{ nm}$$

- **Beads 3**



$$\lambda = \frac{4,136 \times 10^{-15} \text{ eV.s} \cdot 3 \times 10^8 \text{ m/s}}{3,01 \text{ eV}}$$

$$\lambda = 4,12 \times 10^{-7} \text{ m} = 412 \text{ nm}$$

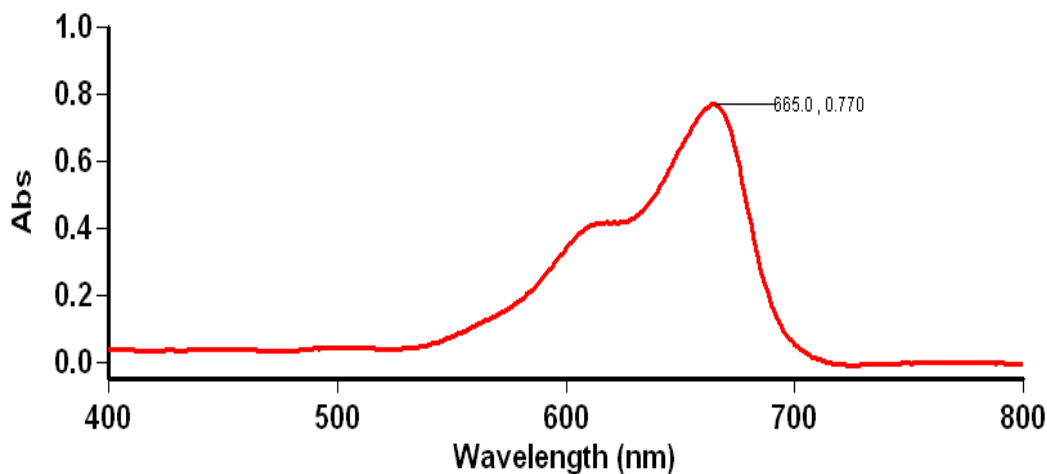


## Lampiran 8. Hasil Analisa UV-Vis

### L.8.1 Panjang Gelombang Maksimum Metilen Biru

## Lamda Maks Methylene Blue

Tanggal Analisa : 28 Agustus 2020



## Scan Analysis Report

Report Time : Fri 28 Aug 03:57:12 PM 2020

Method:

Batch: D:\Laili Muyassaroh\Lamda Maks Methylene Blue (28-08-2020).DSW

Software version: 3.00(339)

Operator: Rika

### Sample Name: 6 ppm

Collection Time

8/28/2020 3:57:42 PM

Peak Table

Peak Style

Peak Threshold

Range

Peaks

0.0100

800.0nm to 400.0nm

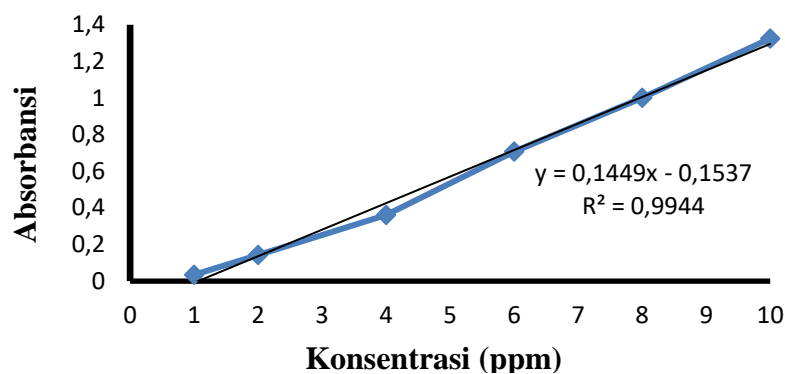
Wavelength (nm)

Abs

665.0

0.770

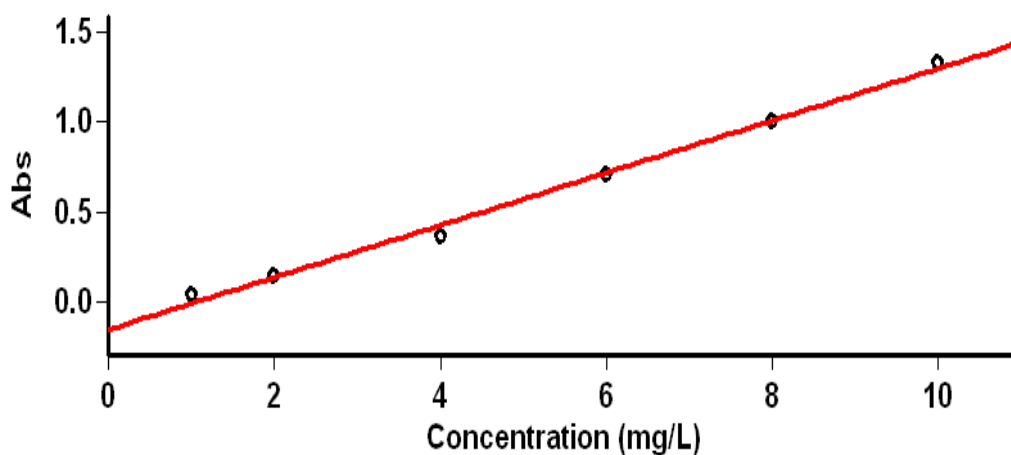
## L.8.2 Kurva Standar Metilen Biru



Gambar L.8.1 Kurva standar metilen biru

## Kurva Standar Methylene Blue

Tanggal Analisa : 28 Agustus 2020



## Concentration Analysis Report

Report time	8/28/2020 4:00:29 PM
Method	
Batch name	D:\Laili Muyassaroh\Kurva Standar MB (28-08-2020).BCN
Application	Concentration 3.00(339)
Operator	Rika

### Instrument Settings

Instrument	Cary 50
Instrument version no.	3.00
Wavelength (nm)	665.0
Ordinate Mode	Abs
Ave Time (sec)	0.1000
Replicates	3
Standard/Sample averaging	OFF
Weight and volume corrections	OFF
Fit type	Linear
Min R <sup>2</sup>	0.95000
Concentration units	mg/L

Comments:

**Zero Report**

Read	Abs	nm
Zero	(0.1436)	665.0

**Calibration**

Collection time 8/28/2020 4:00:43 PM

Standard	Concentration mg/L	F	Mean	SD	%RSD	Readings
Std 1						0.0357 0.0341 0.0340
	1.0		0.0346	0.0010	2.81	
Std 2						0.1423 0.1422 0.1414
	2.0		0.1420	0.0005	0.34	
Std 3						0.3600 0.3603 0.3605
	4.0		0.3603	0.0002	0.07	
Std 4						0.7081 0.7059 0.7067
	6.0		0.7069	0.0011	0.16	
Std 5						0.9992 1.0074 0.9979
	8.0		1.0015	0.0052	0.51	
Std 6						1.3227 1.3223 1.3296
	10.0		1.3249	0.0041	0.31	
Calibration eqn	Abs = 0.14492*Conc -0.15376					
Correlation Coefficient	0.99440					
Calibration time	8/28/2020 4:02:13 PM					

**Results Flags Legend**

U = Uncalibrated      O = Overage  
N = Not used in calibration      R = Repeat reading

**L.8.3 Absorbansi *Beads* dengan Komposisi 0, 1, 2, dan 3 gram TiO<sub>2</sub>****Absorbansi Beads**

Tanggal Analisa : 30 September 2020

**Advanced Reads Report**

Report time 9/30/2020 2:05:11 PM  
Method  
Batch name D:\Laili Muyassaroh\Absorbansi Beads  
(30-09-2020).BAB  
Application Advanced Reads 3.00 (339)  
Operator Rika

**Instrument Settings**

Instrument Cary 50

Instrument version no. 3.00  
Wavelength (nm) 665.0  
Ordinate Mode Abs  
Ave Time (sec) 0.1000  
Replicates 3  
Sample averaging OFF  
Comments:

## Zero Report

Read	Abs	nm
Zero	(0.1372)	665.0

## Analysis

Collection time 9/30/2020 2:05:11 PM

Sample	F	Mean	SD	%RSD	Readings
10 ppm					1.3418 1.3412
0 a		1.3422	0.0013	0.10	1.3437 0.5351 0.5356
		0.5354	0.0002	0.04	0.5355
0 b					0.5428 0.5428
		0.5429	0.0002	0.03	0.5431
1 a					0.5275 0.5271
		0.5270	0.0005	0.09	0.5265
1 b					0.5127 0.5131
		0.5131	0.0003	0.06	0.5134
2 a					0.5795 0.5783
		0.5784	0.0010	0.18	0.5775
2 b					0.5731 0.5728
		0.5726	0.0007	0.13	0.5717
3 a					0.5044 0.5032
		0.5036	0.0007	0.13	0.5033
3 b					0.5022 0.5022
		0.5022	0.0000	0.01	0.5023
0 A					0.3403 0.3406
		0.3404	0.0002	0.05	0.3405
0 B					0.3601 0.3601
		0.3601	0.0001	0.02	0.3602
1 A					0.2287 0.2289
		0.2283	0.0009	0.40	0.2272
1 B					0.2167 0.2171
		0.2169	0.0002	0.08	0.2170
2 A					0.2615 0.2623
		0.2617	0.0005	0.20	0.2613

2 B				0.2636
				0.2632
	0.2635	0.0002	0.08	0.2636
3 A				0.1588
				0.1584
	0.1582	0.0007	0.46	0.1574
3 B				0.1647
				0.1644
	0.1645	0.0002	0.11	0.1643

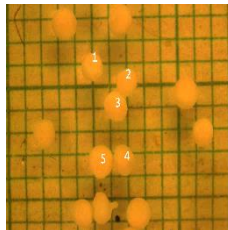
### Results Flags Legend

R = Repeat reading

## Lampiran 9. Hasil Analisa Mikroskop Optik

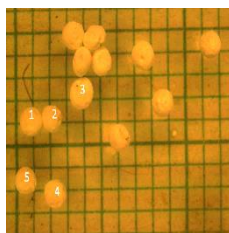
### L.9.1 Diameter *Beads* Sebelum Proses Fotodegradasi

#### a) *Beads* 0

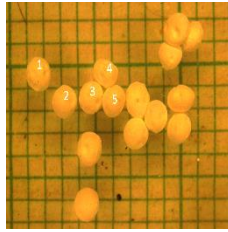


Area	Mean	Min	Max	Angle	Length	Diameter
0,015	79.963	49.000	91.270	1.548	1.481	0,138198
0,014	76.139	60.512	84.186	21.420	1.396	0,133512
0,013	82.297	70.053	92.546	24.444	1.329	0,128655
0,011	85.667	73.287	94.885	35.218	1.040	0,118345
0,012	83.861	69.945	95.321	39.867	1.186	0,123608

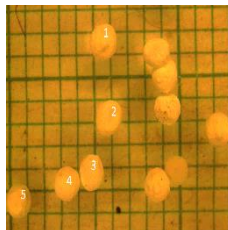
#### b) *Beads* 1



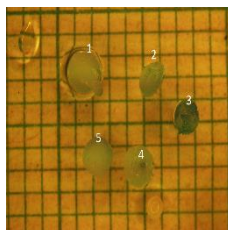
Area	Mean	Min	Max	Angle	Length	Diameter
0,012	88.768	73.667	96.774	5.356	1.260	0,123608
0,012	86.624	58.333	98.867	-1.909	1.177	0,123608
0,014	97.385	73.000	104.443	11.470	1.380	0,133512
0,012	82.461	61.000	95.545	3.633	1.238	0,123608
0,012	89.161	59.029	102.142	11.659	1.261	0,123608

c) *Beads 2*

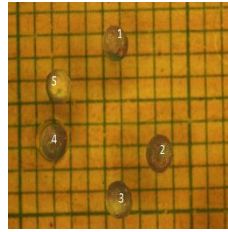
Area	Mean	Min	Max	Angle	Length	Diameter
0,014	92.212	68.333	103.816	3.158	1.438	0,133512
0,014	91.081	72.333	102.537	15.945	1.442	0,133512
0,014	98.101	67.667	108.123	19.179	1.447	0,133512
0,011	98.541	81.780	112.114	54.806	1.151	0,118345
0,013	92.249	74.242	103.939	2.603	1.308	0,128655

d) *Beads 3*

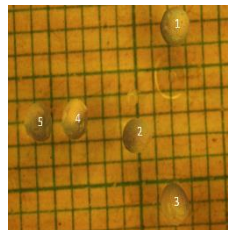
Area	Mean	Min	Max	Angle	Length	Diameter
0,016	88.376	70.980	100.399	8.746	1.563	0,14273
0,014	92.568	73.903	102.908	-3.342	1.359	0,133512
0,014	92.373	63.667	103.125	15.832	1.379	0,133512
0,015	90.287	69.333	101.331	20.468	1.501	0,138198
0,015	80.798	58.000	91.308	54.246	1.525	0,138198

**L.9.2 Diameter *Beads* Setelah Proses Fotodegradasi Kondisi Gelap**a) *Beads 0*

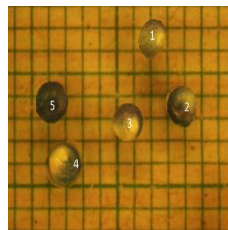
Area	Mean	Min	Max	Angle	Length	Diameter
0,014	58.174	42.287	99.262	17.949	1.462	0,133512
0,017	93.021	73.256	106.800	21.448	1.768	0,147123
0,017	88.448	75.643	100.505	26.565	1.752	0,147123
0,016	90.665	62.852	104.000	38.991	1.588	0,14273
0,019	95.478	83.647	108.000	38.387	1.925	0,155536

b) *Beads 1*

Area	Mean	Min	Max	Angle	Length	Diameter
0,016	77.777	59.248	97.000	33.887	1.581	0,14273
0,015	92.656	59.843	124.725	43.939	1.496	0,138198
0,014	73.331	47.000	107.906	125.181	1.462	0,133512
0,014	115.629	52.316	143.000	39.508	1.447	0,133512
0,015	90.711	58.000	116.177	48.674	1.513	0,138198

c) *Beads 2*

Area	Mean	Min	Max	Angle	Length	Diameter
0,017	118.287	63.000	148.369	16.798	1.658	0,147123
0,015	94.948	62.988	126.000	26.053	1.500	0,138198
0,015	105.555	80.000	126.376	37.569	1.473	0,138198
0,016	124.508	82.150	149.442	45.000	1.567	0,14273
0,015	82.439	66.137	98.000	46.591	1.525	0,138198

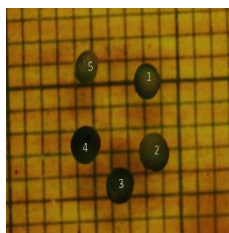
d) *Beads 3*

Area	Mean	Min	Max	Angle	Length	Diameter
0,014	113.749	84.693	150.987	-12.265	1.398	0,133512
0,018	43.715	28.100	69.933	29.982	1.783	0,151388
0,017	95.130	53.000	147.765	38.501	1.670	0,147123
0,016	106.582	56.680	157.000	36.870	1.634	0,14273
0,016	81.136	32.274	131.256	38.830	1.563	0,14273



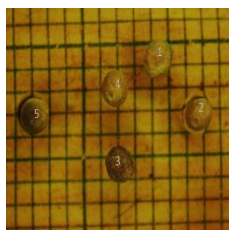
### L.9.3 Diameter *Beads* Setelah Proses Fotodegradasi Kondisi Terang

#### a) *Beads* 0

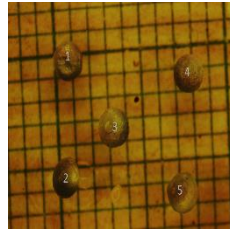


Area	Mean	Min	Max	Angle	Length	Diameter
0,016	115.826	90.317	130.658	34.170	1.622	0,14273
0,014	123.889	79.180	147.278	42.221	1.429	0,133512
0,016	69.768	41.256	110.000	41.576	1.624	0,14273
0,015	91.200	68.023	112.057	43.452	1.538	0,138198
0,014	125.199	93.329	151.178	52.815	1.426	0,133512

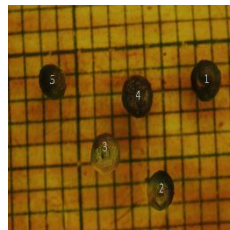
#### b) *Beads* 1



Area	Mean	Min	Max	Angle	Length	Diameter
0,015	163.865	121.085	185.509	33.887	1.567	0,138198
0,014	136.664	107.296	173.422	39.130	1.477	0,133512
0,014	130.323	88.426	168.426	44.465	1.469	0,133512
0,015	167.601	122.772	193.800	41.455	1.554	0,138198
0,017	172.619	133.000	193.971	39.063	1.726	0,147123

c) *Beads 2*

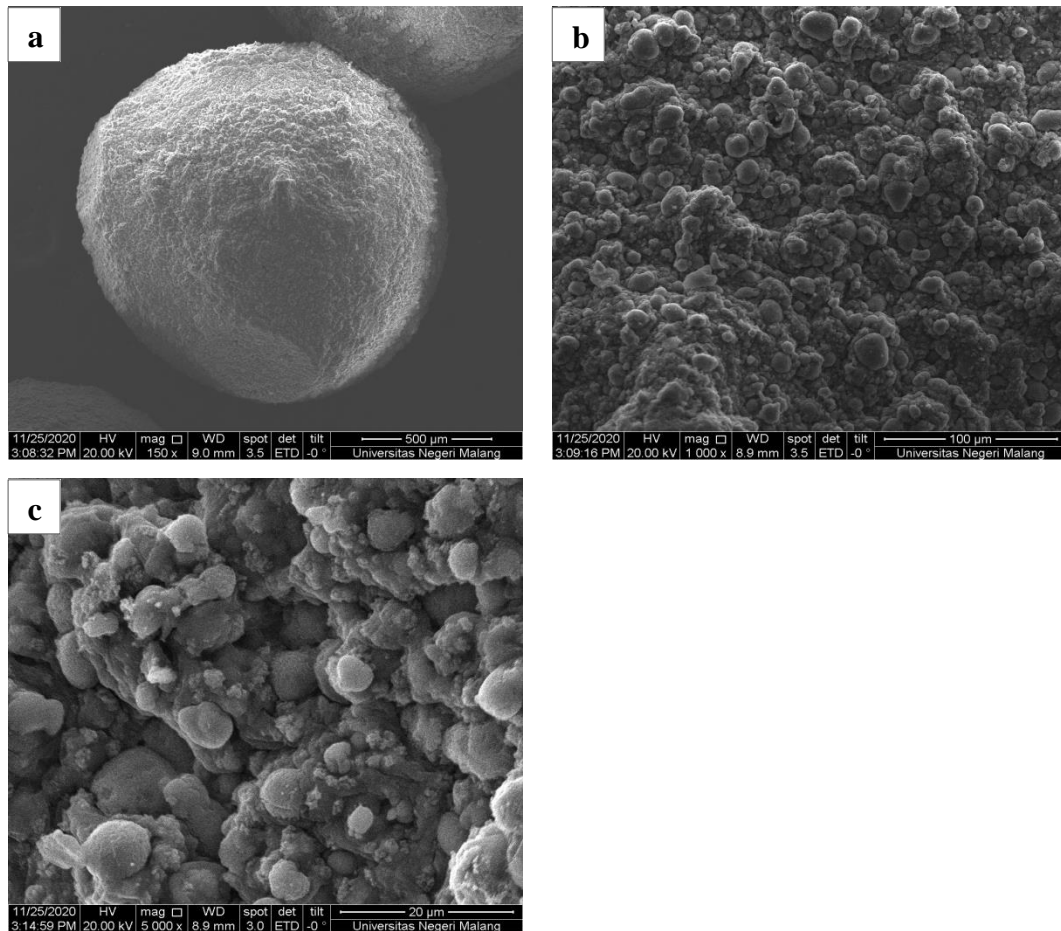
Area	Mean	Min	Max	Angle	Length	Diameter
0,016	140.712	117.080	167.652	43.182	1.695	0,14273
0,015	145.011	97.106	175.874	35.380	1.609	0,138198
0,016	151.376	111.860	182.458	39.971	1.687	0,14273
0,016	128.366	80.155	183.494	33.136	1.635	0,14273
0,015	145.870	98.000	176.311	39.193	1.595	0,138198

d) *Beads 3*

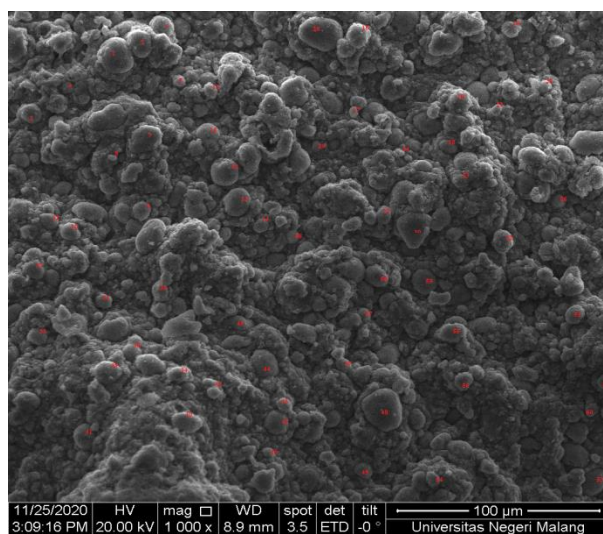
Area	Mean	Min	Max	Angle	Length	Diameter
0,016	127.963	68.186	157.240	22.341	1.559	0,14273
0,016	143.984	77.160	176.635	-33.294	1.583	0,14273
0,017	111.140	80.795	168.906	42.672	1.720	0,147123
0,017	102.420	61.512	149.468	32.074	1.749	0,147123
0,017	93.199	62.876	126.982	-36.327	1.667	0,147123

## Lampiran 10. Hasil Analisa SEM – EDX

### L.10.1 Morfologi *Beads* Perbesaran (a) 150x, (b) 1000x, dan 5000x



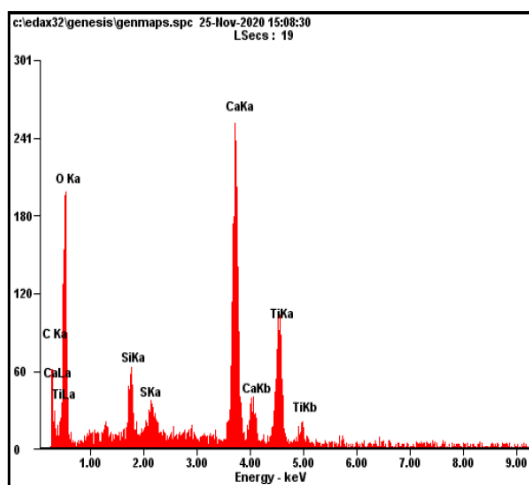
### L.10.2 Pengukuran Panjang Pori *Beads*



Area	Mean	Min	Max	Angle	Length	Diameter
2.873	70.004	46.744	146	-45	9.455	1,829009
4.394	66.461	51.097	101.426	27.072	14.690	2,797307
3.380	73.842	40	121.185	-150.803	11.322	2,151775
1.183	100.405	84.604	134	48.013	3.911	0,753121
3.126	107.832	60	213.306	-35.910	10.408	1,990073
2.535	93.675	44	218	-69.677	8.370	1,613831
2.281	68.726	43.497	159	40.365	7.630	1,45213
2.535	79.849	55.018	124	38.047	8.490	1,613831
2,281	66.674	48	91.047	37.304	7.674	1,45213
2,873	68.471	51	93	28.887	9.628	1,829009
3.971	67.474	44.336	117	24.341	13.400	2,528017
3.295	66.702	51.022	120	-37.476	10.989	2,097662
1.605	62.679	55.333	76	-42.709	5.143	1,021775
1.690	74.481	57	92.668	55.491	5.644	1,075887
2.450	89.566	43.347	181	-68.962	8.098	1,559718
3.718	85.084	54	245	-80.538	12.377	2,366952
3.464	66.765	41.750	109	-82.875	11.718	2,205251
1.690	68.845	50.263	102	-83.991	5.554	1,075887
2.366	71.155	45.481	121	-87.879	7.854	1,506242
4.647	67.170	42.269	124	60.124	15.756	2,958372
2.957	90.224	66.419	145	36.529	9.767	1,882485
1.859	73.179	56.184	85	-27.759	6.241	1,183476
3.380	62.475	43	109	-90	11.627	2,151775
2.619	67.861	24.367	121	-88.091	8.725	1,667307
2.112	66.267	34	98	-80.538	7.073	1,344541
1.690	100.608	49	140	-83.991	5.554	1,075887
1.859	64.942	52	80	39.094	5.993	1,183476
1.436	103.585	87.250	127.691	45	4.522	0,914186
1.690	59.821	39	75	47.121	5.554	1,075887
1.352	69.605	32	83.204	61.699	4.292	0,86071
2.957	54.947	35.722	84	-47.386	9.875	1,882485
2.281	68.232	46.769	105	10.886	7.696	1,45213
3.042	49.373	40.587	66.579	18.435	10.112	1,936597
5.239	56.117	38.414	112.789	20.225	17.658	3,335251
2.281	56.044	28	91	13.496	7.474	1,45213
1.436	61.543	53.250	79	21.801	4.696	0,914186
1.859	54.886	43.531	67.633	45	6.166	1,183476
1.521	61.855	51.661	77	25.017	4.812	0,968299
2.619	48.680	40.360	59	39.560	8.672	1,667307
3.380	49.243	32.385	62.978	55.491	11.288	2,151775
1.183	59.247	46	79	-28.610	3.642	0,753121
1.521	63.125	52.675	87	30.964	5.085	0,968299

929	57.891	41	71.200	11.310	2.964	0,59142
2.197	69.539	45	92.595	-63.435	7.150	1,398654
1.014	81.200	64	94.669	-48.814	3.090	0,645532
2.957	70.102	47.322	155	-45	9.866	1,882485
2.112	71.307	56	88.951	-24.444	7.025	1,344541
2.450	88.286	72.194	142	-19.093	7.998	1,559718
1.774	76.352	62.400	104	-8.531	5.879	1,129363
2.366	62.928	49.049	98	-66.251	7.940	1,506242
1.690	83.225	60.449	158	47.121	5.554	1,075887
1.183	81.892	58	127	41.987	3.911	0,753121
1.943	74.862	48.273	139.438	63.435	6.500	1,236952
1.014	76.705	54	90.562	-37.875	3.314	0,645532
2.957	62.775	36.882	134.971	60.461	10.023	1,882485
1.014	80.917	67	120	0	3.488	0,645532
1.183	93.038	69	121.941	38.660	3.723	0,753121
1.183	78.884	67.160	92	48.013	3.911	0,753121
1.436	71.123	58.836	101	45	4.522	0,914186
676	69.375	54	83	0	2.325	0,430355

### L.10.3 Kandungan Unsur *Beads*



<i>Element</i>	<i>Wt%</i>	<i>At%</i>
<i>CK</i>	07,09	12,01
<i>OK</i>	53,89	68,50
<i>SiK</i>	01,62	01,77
<i>SK</i>	02,08	0,91
<i>CaK</i>	21,90	11,11
<i>TiK</i>	13,43	05,70
<i>Matrix</i>	Correction	ZAF